

THÈSE

PRÉSENTÉE A LA FACULTÉ DES SCIENCES D'ORSAY
UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Michèle NICOLAS - MOTTE

Spécialité : Electronique

Mention : Mesures de flux thermiques

Sujet : Contribution à l'étude électrique des couches minces de platine pulvérisé. Application aux fluxmètres thermiques.

Soutenue le 2 Mars 1970 devant la Commission d'examen

MM. A. ARNULF

Président

F. ABELES

D. DEGRAS

J. TAILLET

Examineurs

O. N. E. R. A.

29, Avenue de la Division Leclerc,
92 CHATILLON

1970



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551512_0044

THÈSE

PRÉSENTÉE A LA FACULTÉ DES SCIENCES D'ORSAY
UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR LE TITRE DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Michèle NICOLAS



Spécialité : Electronique

Mention : Mesures de flux thermiques

Sujet : Contribution à l'étude électrique des couches minces de platine pulvérisé. Application aux fluxmètres thermiques.

Soutenue le 2 Mars 1970 devant la Commission d'examen

MM. A. ARNULF

Président

F. ABELES
D. DEGRAS
J. TAILLET

Examineurs

O. N. E. R. A.
29, Avenue de la Division Leclerc,
92 CHATILLON

1970

Ce travail a été effectué à l'Office National d'Etudes et de Recherches Aérospatiales dans la Direction "Physique Générale".

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur A. ARNULF d'avoir bien voulu patronner cette thèse, MM. ABELES et DEGRAS d'avoir accepté de faire partie de mon jury et de m'avoir donné des conseils éclairés.

Je remercie vivement Monsieur le Directeur Général de l'O.N.E.R.A. qui m'a permis d'entreprendre et mener à bien ce travail de thèse.

J'exprime ma profonde reconnaissance à M. TAILLET, Directeur de la Physique et à M. DELATTRE, Chef de Division Electronique et Mesures, pour l'appui que j'ai trouvé au sein de leur Direction et Division pendant l'accomplissement de mon travail.

Je remercie également MM. BEAUSSIER et MAULARD dont les conseils m'ont été précieux.

J'exprime ma gratitude envers M. EL GAMMAL, Directeur des Matériaux pour les facilités qu'il m'a accordées en de nombreuses occasions.

GGG



TABLE des MATIERES

	<u>Pages</u>
<u>RESUME</u>	3
<u>NOTATIONS</u>	4
1 - <u>INTRODUCTION</u>	5
2 - <u>TECHNIQUES D'OBTENTION DE FILMS MINCES</u>	6
2.1. - Méthodes d'obtention	6
2.1.1. - Dépôt de peinture	6
2.1.2. - Evaporation sous vide	7
2.1.3. - Pulvérisation cathodique	7
2.2. - La pulvérisation cathodique	9
2.2.1. - Théorie de la pulvérisation	9
2.2.2. - Dispositif expérimental	10
2.2.2.1. - Le groupe de pompage	10
2.2.2.2. - Les alimentations	10
2.2.2.3. - Le circuit du gaz	11
2.2.2.4. - Le dispositif de pulvérisation	11
2.2.3. - Techniques expérimentales	11
3 - <u>THEORIE : PROPRIETES ELECTRIQUES DES COUCHES MINCES</u>	12
3.1. - Généralités	12
3.1.1. - Résistivité - Libre parcours moyen	12
3.1.2. - Notations	13
3.2. - Théorie de la conductivité de FUCHS-SONDHEIMER	13
3.2.1. - Introduction	13
3.2.2. - Réflexion purement diffuse	14
3.2.3. - Réflexion partiellement diffuse et partiellement spéculaire..	15
3.3. - Calcul de l'épaisseur	18
3.3.1. - Détermination théorique de l'épaisseur	18
3.3.2. - Evaluation de l'erreur sur l'épaisseur	19
3.4. - Coefficient de température	21
3.4.1. - Détermination théorique du coefficient de température fonc-	
tion de l'épaisseur	21
3.4.2. - Propriété de la courbe $\alpha d = f(d)$	23
3.5. - Calcul de la résistivité	23
3.6. - Variation de la résistivité et du coefficient de température en	
fonction de la température, suivant le paramètre p	24
3.7. - Cas des couches ultra-minces	26
3.7.1. - Effet tunnel	27
3.7.2. - Conductibilité des couches ultra-minces	28
4 - <u>RESULTATS EXPERIMENTAUX</u>	29
4.1. - Valeur du libre parcours moyen des électrons dans le platine	29
4.2. - Epaisseur calculée et épaisseur mesurée	29
4.2.1. - Détermination de $R\alpha$	29
4.2.2. - Calcul de l'épaisseur	31
4.2.3. - Mesure de l'épaisseur	32
4.3. - Résistivité et coefficient de température	33
4.3.1. - Résistivité	33
4.3.2. - Coefficient de température	35
4.4. - Détermination de p	37
4.5. - Cas des couches ultra-minces	39
4.6. - Adhérence	40

	<u>Pages</u>
4.7. - Structure	40
5 - <u>LES FLUXMETRES THERMIQUES A TEMPERATURE DE SURFACE</u>	44
5.1. - Principe	44
5.2. - Théorie	44
5.3. - Influence de la couche mince-temps de réponse	46
5.4. - Etalonnages	47
5.4.1. - Etalonnage électrique	47
5.4.2. - Etalonnage au rayonnement infrarouge	48
5.5. - Influence des fortes densités de courant	48
5.5.1. - Mesure de la résistance	49
5.5.2. - Mesure de $R \alpha$	50
6 - <u>CONCLUSION</u>	51
<u>REFERENCES</u>	55



ÉTUDE ÉLECTRIQUE DES COUCHES MINCES DE PLATINE PULVÉRISÉ, AVEC APPLICATION AUX FLUXMÈTRES THERMIQUES

par Michèle NICOLAS

RÉSUMÉ

Une série d'essais a été effectuée afin de permettre la fabrication reproductible et la connaissance des propriétés électriques (résistivité, coefficient de température) de l'élément thermométrique du fluxmètre à température de surface.

Au cours de l'étude, d'autres grandeurs ont été atteintes : épaisseur du dépôt, résistivité et coefficient de température du métal massif ayant la même structure que le film mince. Tous ces résultats ont permis une meilleure connaissance des propriétés électriques des couches minces de platine pulvérisé.

Descripteurs (thésaurus CEDOCAR) : Films minces – Platine – Pulvérisation – Electronique moléculaire – Placage non électrolytique – Résistance électrique – Fluxmètres – Chaleur – Transfert chaleur.



ELECTRICAL STUDY OF PULVERIZED PLATINUM THIN FILMS, AND APPLICATION TO THERMAL FLUXMETERS

SUMMARY

A series of tests has been performed in view of assuring the reproducible manufacture and investigating the electrical properties (resistivity, temperature coefficient) of the thermosensitive part of the surface temperature fluxmeter.

During the study, other characteristics have been brought to light : deposit thickness, resistivity and temperature coefficient of the massive metal having the same structure as the thin film. All these results have yielded a better knowledge of the electric properties of pulverized platinum thin layers.

Descriptors (NASA thesaurus) : Thin films – Metal films – Molecular electronics – Plating – Grinding (comminution) – Platinum – Electrodeposition – Sputtering – Flux density – Measuring instruments – Heat flux – Electrical resistivity.



NOTATIONS

R	: Résistance du film
T	: Température
α	: Coefficient de température
σ	: Conductibilité électrique
ρ	: Résistivité
τ	: Temps de relaxation
e	: Charge de l'électron
m	: Masse de l'électron
N	: Nombre d'électrons libres par unité de volume
ℓ	: Libre parcours moyen des électrons
v	: Vitesse de l'électron
h	: Constante de PLANCK
f	: Fonction de distribution des électrons
k	: Constante de BOLTZMANN
$\mathcal{E}$	: Energie
z	: Cote
d	: Epaisseur du film
E	: Champ électrique
j	: Densité de courant
x	: Rapport d/ℓ
p	: Coefficient de réflexion des électrons
q	: Coefficient de réflexion lorsque les deux faces du film sont dissociées
a	: Longueur du film
b	: Largeur du film
ϕ_0	: Energie de la barrière
k_x	: Vecteur d'onde dans la direction x
n	: Densité d'états
$\mathcal{N}$	: Nombre total d'îlots
r	: Rayon d'un îlot
λ	: Conductibilité thermique
μ	: Masse volumique
c	: Chaleur massique
ξ	: Distance à la surface d'un point du fluxmètre
K	: Diffusivité thermique $K = \frac{\lambda}{\mu c}$
q	: Densité de flux de chaleur

L'indice ∞ se rapporte aux propriétés du métal massif ayant le même taux d'impureté que le film ~~étudié~~.

1 - INTRODUCTION.

Les mesures de flux thermique et de vitesse de gaz dans les tubes à choc nécessitent des sondes à faible temps de réponse.

Les fluxmètres thermiques à température de surface sont les plus utilisés.

Lorsqu'un flux de chaleur atteint un corps, celui-ci voit sa température s'élever ; si ce corps peut être représenté schématiquement par un milieu semi-infini, la connaissance de sa température de surface permettra d'atteindre le flux initiateur. C'est pourquoi un fluxmètre à température superficielle est constitué de deux éléments : calorimétrique et thermométrique, figure 1.

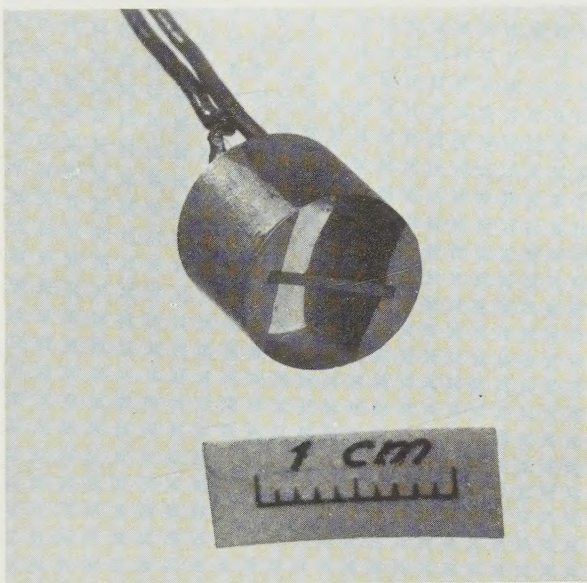


Fig. 1 - Fluxmètre thermique à température de surface

L'élément calorimétrique est un cylindre de matière isotrope peu conductrice de la chaleur (de façon à appliquer le schéma du milieu semi-infini). La bonne reproductibilité des propriétés thermiques de la silice amorphe a fait préférer cette dernière au pyrex.

L'élément thermométrique doit permettre de mesurer la température superficielle du capteur sans introduire de perturbation sur celle-ci. Il est bien évident que l'adjonction d'un thermomètre modifiera la valeur réelle de la température, ne serait-ce qu'en introduisant un temps de réponse.

Celui-ci est proportionnel au carré de l'épaisseur, il a donc été nécessaire d'utiliser les techniques des couches minces.

De plus, pour avoir la plus grande sensibilité, il fallait utiliser un métal possédant un fort coefficient de variation de la résistance avec la température tout en ayant une résistivité élevée ; le choix s'est finalement porté sur le platine qui offre l'avantage d'être un métal noble.

Plusieurs techniques d'obtention de films minces ont été envisagées avant de choisir la pulvérisation cathodique.

Les couches minces métalliques n'ayant pas les mêmes caractéristiques que le métal massif servant à leur formation, l'étude qui suit a pour but essentiel de déterminer les caractéristiques électriques des couches minces de platine en vue de leur utilisation en élément thermométrique d'un fluxmètre à température de surface.

L'étude théorique est faite dans le cas où les deux faces du dépôt sont suppo-

sées semblables. Les résultats expérimentaux obtenus sur des dépôts de platine permettent de vérifier et de définir les limites d'application des lois théoriques.

Quoique les supports les plus utilisés dans les tubes à choc aient une forme concave leur permettant d'épouser la forme du tube, l'étude a été faite sur des supports plans afin de pouvoir mesurer les épaisseurs déposées ; une série de dépôts pratiqués sur des supports concaves a donné des résultats en accord avec ceux trouvés pour les supports plans.



2 - TECHNIQUES D'OBTENTION DE FILMS MINCES.

2.1. - Méthodes d'obtention

2.1.1. - Dépôt de peinture

Cette méthode de préparation de l'élément sensible du fluxmètre est utilisée actuellement dans de nombreux laboratoires, elle offre l'avantage de ne nécessiter que peu de moyens pour des résultats satisfaisants.

Plusieurs fournisseurs ont mis au point une peinture dont la composition exacte n'a pas été révélée, mais qui est formée de fines particules de platine en suspension dans un liant organique.

La peinture est déposée à l'aide d'un pinceau ou d'une plume sur la surface de la silice optiquement plane et parfaitement dégraissée. Un traitement thermique permet d'assurer la pyrolyse du liant et l'attaque de la surface de la silice grâce à un halogène contenu dans la peinture. La pyrolyse s'effectue vers 700°C dans un four ouvert.

Cette technique donne des couches d'environ 0,1 µm d'épaisseur, très adhérentes mais qui offrent quelques inconvénients :

- La reproductibilité des dépôts n'est due qu'à l'habileté de l'opérateur les fabriquant ; le plus souvent, il est nécessaire d'ajuster la valeur de la résistance après cuisson, soit en érodant le dépôt à l'aide d'un abrasif, soit en court-circuitant une partie du film avec de la peinture à l'argent.

- Le coefficient de variation de la résistance avec la température est défini par l'expression :

$$\alpha = \frac{1}{R_0} \frac{dR}{dT}$$

où R_0 désigne la valeur de la résistance à 0°C. Ce coefficient est toujours inférieur à celui du métal massif, il n'est pas reproductible d'un dépôt à l'autre et dépend de la forme du support. Il est égal à $15.10^{-4}/^{\circ}\text{C} \pm 20\%$ si la surface est concave, à $25.10^{-4}/^{\circ}\text{C} \pm 10\%$ si elle est plane ; pour les surfaces sphériques convexes, on le trouve compris entre ces deux valeurs. Le métal massif a un coefficient de température d'environ $40.10^{-4}/^{\circ}\text{C}$.

Cette différence entre le coefficient du platine massif et celui du dépôt ne peut être expliquée uniquement par un effet de couche mince, mais semblerait indiquer l'existence d'autres phénomènes : présence d'impuretés dans le platine, inhomogénéité d'épaisseur due à la capillarité de la peinture et apparition de contraintes dans le film lors de la pyrolyse.

- Les valeurs de la résistance à 0°C, R_0 et du coefficient de température α , varient au cours du temps, les essais de stabilisation n'ont pas donné les résultats escomptés.

Ces variations étant aléatoires, il est nécessaire de tester chaque dépôt avant son utilisation, quelquefois les variations observées dans le temps sont telles que le

capteur est inutilisable.

- De plus, un examen au microscope révèle la présence d'hétérogénéité de structure et d'épaisseur et les limites du film ne sont pas nettes.

Tous ces inconvénients nous ont amené à chercher d'autres méthodes de formation de l'élément thermométrique en utilisant les techniques de dépôt sous vide.

2.1.2. - Evaporation sous vide

Après la peinture, la méthode qui semble la plus simple, lorsqu'on dispose d'un banc de pompage figure 2, est l'évaporation thermique. Il faut amener le corps à déposer dans des conditions physiques telles qu'il se vaporise et que sa vapeur se condense sur les zones plus froides, en particulier sur le substrat.

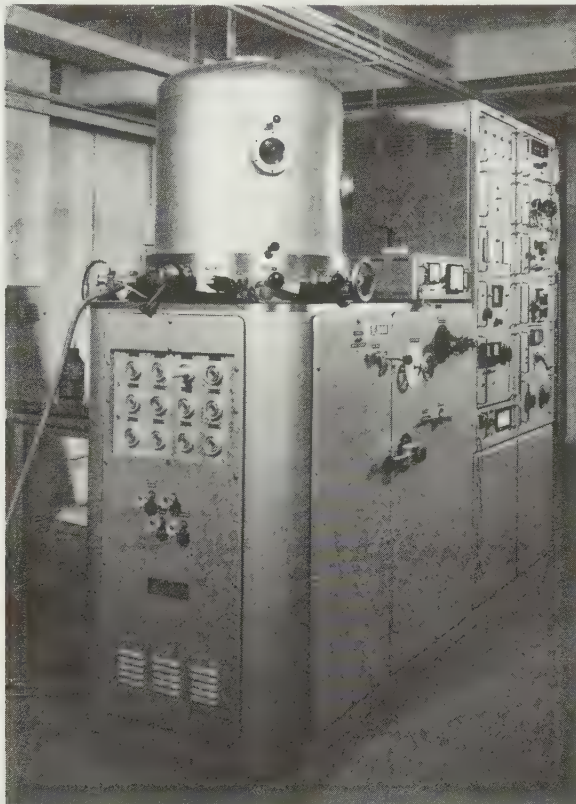


Fig. 2 - Banc d'évaporation sous vide

Pour éviter les "trous d'épingles" provoqués par des particules en fusion s'échappant du creuset, le substrat est placé à une vingtaine de centimètres de celui-ci [1].

La platine est un métal réfractaire, difficile à évaporer ; ses conditions d'évaporation sont à la limite des possibilités de l'installation utilisée, à savoir une température de 1.900°C et une pression de $2,7 \cdot 10^{-4}$ P (soit $2 \cdot 10^{-6}$ Torr).

Néanmoins, quelques films ont été obtenus ; une heure de dépôt dans les conditions limites permet d'avoir une épaisseur de l'ordre de $20 \text{ \AA}$ mais l'adhérence au substrat est insuffisante.

Etant donné ces résultats et après avoir constaté que les films obtenus par pulvérisation cathodique avaient une meilleure adhérence, nous avons abandonné la méthode par évaporation.

2.1.3. - Pulvérisation cathodique

Le phénomène de pulvérisation cathodique est connue depuis une centaine d'années avec les travaux de PLUCKER qui montrèrent, au cours d'études sur la décharge dans les gaz à pression réduite, que le métal constituant la cathode se trouvait pulvérisé et se déposait sous forme de couches minces sur les parois de verre de l'enceinte.

Historiquement, c'est la première méthode permettant l'élaboration de couches minces sous vide ; elle était pratiquement abandonnée au profit des techniques d'évaporation jusqu'à ces toutes dernières années où elle fut reprise et perfectionnée.

Le banc de pulvérisation, figures 3 et 4, est formé d'un ensemble de pompage, d'appareils de contrôle et du dispositif de pulvérisation, figure 5.

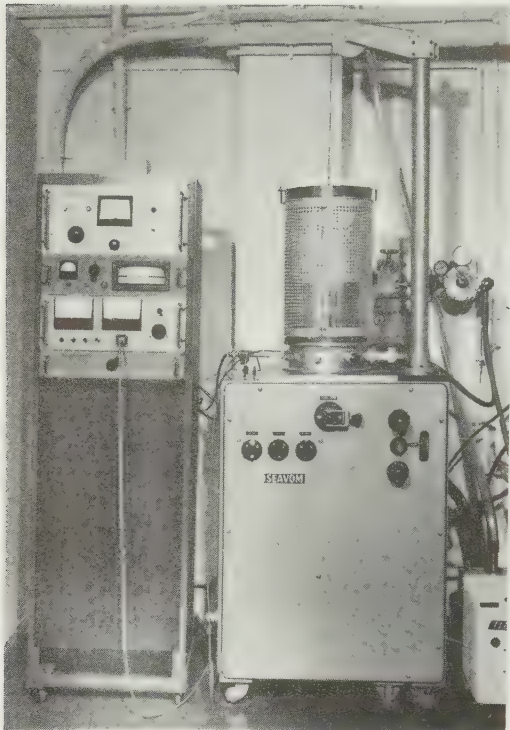


Fig. 3 - Banc de pulvérisation cathodique

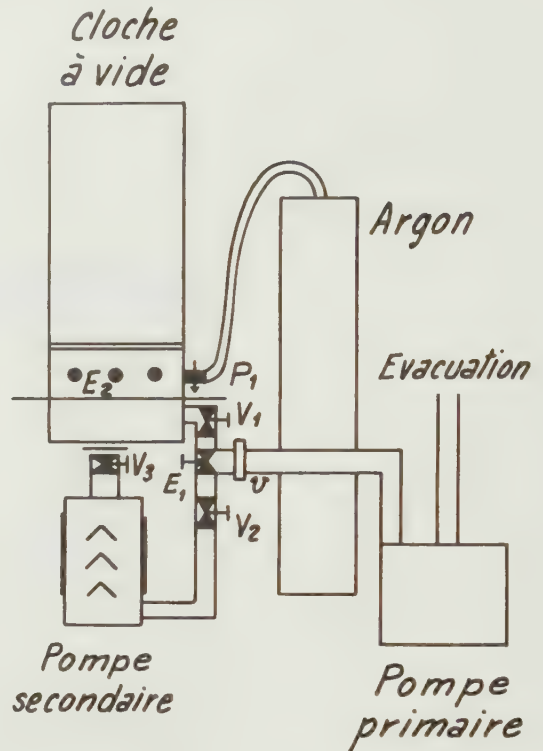


Fig. 4 - Schéma du banc de pulvérisation cathodique

- V_1 . Vanne pompage primaire
- V_2 . Vanne pompage secondaire
- V_3 . Vanne écran
- E_1 . Entrée d'air pompe
- E_2 . Entrée d'air cloche
- P_1 . Robinet pointeau
- U. Voyant indicateur de vide

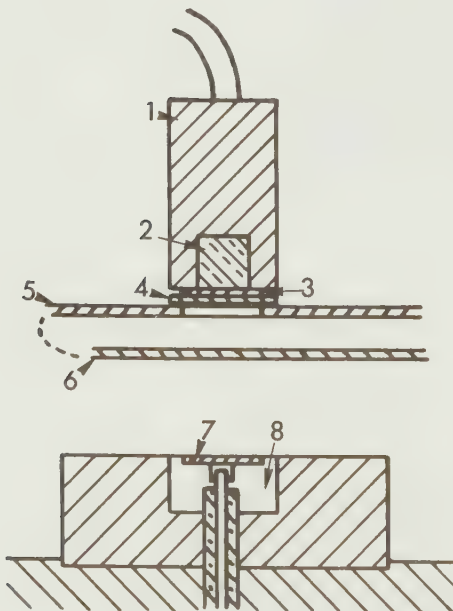


Fig. 5 - Schéma du dispositif de pulvérisation

- | | |
|---------------------|---------------------------|
| 1. Chauffrette | 5. Platine porte substrat |
| 2. Substrat | 6. Obturateur |
| 3. Masque | 7. Cathode |
| 4. Couvercle masque | 8. Anneau de garde |

Le mécanisme de la pulvérisation résulte du bombardement d'une cible par les ions positifs issus d'un plasma gazeux. Il existe plusieurs techniques de pulvérisation mettant en oeuvre des systèmes diodes ou triodes [2][3] et différents types de gaz générateur de plasma : argon, azote, oxygène permettant d'obtenir le corps pur, son nitrure ou son oxyde.

Pour obtenir des films de platine, nous avons utilisé le système diode en atmosphère d'argon.

Les dépôts ainsi obtenus sur le support de silice polie ont des épaisseurs pouvant atteindre 0,1 μm , des caractéristiques électriques stables dans le temps mais une adhérence plus faible que celle des couches de peinture. Après quelques essais, en vue d'améliorer l'adhérence, la technique de la pulvérisation a été adoptée dans les conditions du paragraphe suivant.

Des trois méthodes essayées, seules les deux dernières donnent des dépôts que l'on peut qualifier de "couche mince" du point de vue électrique ; les propriétés de couche mince n'intervenant que pour des épaisseurs de film inférieures à quelques libres parcours moyens des électrons dans le métal. Seule la technique de pulvérisation donne des résultats intéressants, c'est pourquoi l'étude théorique et expérimentale des couches minces ne se rapporte qu'aux films obtenus par cette méthode.

2.2. - La pulvérisation cathodique

2.2.1. - Théorie de la pulvérisation

Le mécanisme de la pulvérisation se produit dans une décharge lumineuse à basse pression.

Le flux d'électrons se dirigeant vers l'anode entretient, dans le gaz, une ionisation suffisante pour bombarder la cathode avec des ions d'énergie voisine de celle de l'anode.

L'ionisation intense qui se produit au voisinage de la cathode et l'émission secondaire de celle-ci libèrent des électrons qui se dirigent vers l'anode et entretiennent l'ionisation des molécules gazeuses.

La pulvérisation cathodique, dans une décharge lumineuse, au sein d'un gaz à basse pression, se présente avec le caractère du bombardement d'une cible par des ions d'énergie relativement faible (quelques keV), choc que l'on peut assimiler à une collision de type "sphères dures" entre atomes.

Le phénomène de pulvérisation peut s'expliquer par une théorie de point chaud ; l'énergie de l'ion incident provoque la fusion et l'évaporation du métal au point d'impact. Il s'explique également par une théorie de transfert de moment [4] qui donne une solution assez satisfaisante du mécanisme.

Un ion incident pénètre dans le réseau de la cible à une profondeur de l'ordre de quelques $\text{\AA}$, avant de heurter un atome, celui-ci en heurte à son tour un autre et déclenche ainsi une série de collisions suivant les directions cristallographiques à faible indice jusqu'à la surface de la cathode où le dernier atome touché se "pulvérise" à haute vitesse ; le processus de choc ne dissipant qu'une faible part d'énergie (collisions quasi-élastiques), l'énergie de l'ion incident se retrouve presque totalement dans l'atome pulvérisé.

L'impulsion communiquée à un atome par un atome voisin suit préférentiellement les rangées atomiques de densité atomique maximale ; il y a focalisation, ce qui a été vérifié par de nombreux auteurs et, en particulier, par WEHNER [4][5] qui fit une étude très complète du phénomène de pulvérisation.

D'autres auteurs [6] pensent qu'il existe en plus une émission isotrope appelée "émission erratique".

Le rendement de la pulvérisation (nombre d'atomes éjectés pour un ion incident) dépend des sections efficaces des collisions entre ions et atomes de la cible, il dépend donc de la nature de la cible, de celle des ions, de l'énergie et de l'angle d'incidence de ces derniers ainsi que de leur flux.

Le rendement est d'autant meilleur que le rapport des masses de l'atome de la cible à celle de l'ion est voisin de l'unité.

Pour des énergies inférieures à 5 keV, la pénétration ionique est inférieure à 20 $\text{\AA}$ et la transmission de la quantité de mouvement de l'ion incident se fait directement à un atome superficiel.

Les atomes libérés de la cathode la quittent avec une vitesse croissant avec l'énergie des ions incidents. Leur propagation est rectiligne et présente des analogies avec celle des atomes évaporés. Aux basses pressions, le libre parcours moyen est tel que la diffusion n'apparaît que loin de la cathode.

Pour les métaux légers, de masse atomique inférieure ou voisine de celle du gaz de décharge, le phénomène de diffusion, accompagné éventuellement de diminution d'énergie cinétique de l'atome, allonge la durée du parcours des atomes dans la décharge et augmente leur chance de subir l'ionisation par choc électronique et provoque leur retour à la cathode sous forme d'ions. C'est une explication du fait que les métaux légers, tels l'aluminium et le magnésium, sont difficilement pulvérisables aux pressions qu'il est nécessaire d'atteindre pour entretenir une décharge dans un système du type diode.

En résumé, les principaux paramètres d'un dispositif de pulvérisation sont :

- la nature du gaz de décharge,
- la densité du gaz (température, pression),
- la nature de la cathode,
- la chute de potentiel cathodique,
- la densité de courant ionique, fonction des autres paramètres.

Sous l'effet du bombardement ionique, la cathode s'échauffe et dégaze, la densité du gaz varie donc et par suite le taux de pulvérisation ; c'est une des raisons pour lesquelles il est nécessaire d'attendre la stabilisation du courant ionique en fermant un obturateur situé devant le substrat qui doit recevoir le dépôt.

Pour obtenir un dépôt, dans le cas de deux électrodes planes et parallèles, il existe une valeur optimale du paramètre λ/L (λ : libre parcours moyen des électrons, L : distance inter-électrode). Cette valeur optimale correspond à une décharge telle qu'une seule striation lumineuse apparaisse entre anode et cathode (L un peu plus grand que λ).

Les films pulvérisés sont plus adhérents que ceux obtenus par évaporation, ceci est dû en partie à la haute énergie des atomes pulvérisés, mais surtout au bombardement du substrat par des ions négatifs chimiquement actifs ; en effet, des atomes d'oxygène résiduel se trouvent dans le gaz de décharge par suite de la désorption de l'enceinte. Des réactions d'attachement électronique produisent alors, à partir de ces atomes, des ions négatifs qui vont bombarder l'anode et provoquent l'oxydation anodique des premiers atomes déposés. Ce phénomène s'arrête dès que la réserve d'oxygène de l'enceinte est épuisée.

Les énergies de liaison oxyde-isolant et oxyde-métal sont supérieures à la liaison isolant-métal ; HOLLAND [1] explique l'adhérence du platine de cette façon.

2.2.2. - Dispositif expérimental

Le banc de pulvérisation comprend quatre parties principales, figure 4 :

- un groupe de pompage avec son ensemble de mesure des pressions,
- des alimentations,
- un dispositif d'introduction du gaz,
- un dispositif de pulvérisation.

2.2.2.1. - Le groupe de pompage

Il est composé d'une pompe primaire à palettes et d'une pompe secondaire à diffusion d'huile, il permet d'atteindre une pression de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-4}$ P (soit 10^{-6} Torr).

La mesure de la pression s'obtient à l'aide d'une jauge PIRANI et d'une jauge à ionisation PENNING.

2.2.2.2. - Les alimentations

L'alimentation à courant continu permet de débiter 100 mA sous une tension réglable de 0 à 5 kV, un inverseur lui a été adjoindé de façon à procéder au nettoyage ionique. Ce dernier est produit en inversant les polarités. Le substrat est bombardé par des ions de plus faible énergie que ceux obtenus pendant la pulvérisation, cette énergie provoque un échauffement de sa surface, ce qui élimine une partie des gaz absorbés ; il se produit également un léger dépolissage de la silice.

L'alimentation du chauffage permet d'amener en température le substrat et le thermocouple associé assure sa régulation.

2.2.2.3. - Le circuit du gaz

Le gaz utilisé, l'argon, est admis dans l'enceinte à travers deux manomètres et un robinet à pointeau.

Si la pression lue au dernier manomètre est maintenue constante, la pression de l'enceinte reste fixe pour une graduation donnée du robinet à pointeau.

2.2.2.4. - Le dispositif de pulvérisation

Il est situé dans une enceinte de pyrex, dont la partie inférieure supporte les différents passages : commande d'obturateur, alimentation haute tension, chauffage, thermocouple, admission d'argon, jauges PENNING et PIRANI, figure 5.

Le dispositif proprement dit est formé de l'ensemble anode, cathode et obturateur.

Le substrat est placé dans un élément chauffant dont la partie inférieure sert d'anode ; un masque de bronze au béryllium est maintenu contre le substrat à l'aide d'un couvre masque, le tout est posé sur une platine portée au potentiel anodique. L'obturateur est également à ce potentiel.

La cathode est un disque de platine d'épaisseur 0,3 mm sur lequel est soudé électriquement un tube permettant l'amenée du courant. La décharge est limitée à sa face supérieure grâce à un anneau de garde mis à la masse.

Dans le cas du nettoyage ionique, ce disque est mis à la masse et le substrat sert de cathode.

2.2.3. - Techniques expérimentales

Les dépôts de platine ont été effectués sur de la silice amorphe dont l'état de surface correspond au poli optique.

Plusieurs étapes sont à respecter pour obtenir des dépôts adhérents et reproductibles.

- Nettoyage du substrat

Le substrat est nettoyé au carbonate de calcium, rincé à l'eau distillée puis séché au gaz carbonique.

- Cycles de vide

Une fois le substrat en place dans la cloche, trois cycles de vide sont effectués afin d'éliminer au maximum les traces d'oxygène résiduel. Chaque cycle comprend un pompage jusqu'à 10^{-6} Torr, un rinçage à l'argon pendant deux minutes à une pression d'environ 10^{-1} Torr ; au cours du dernier cycle on règle la pression à la valeur choisie comme pression de travail, soit 5.10^{-2} Torr. Ce rinçage met en jeu une action mécanique d'atomes d'argon à température ordinaire ou à chaud, qui provoque l'arrachement des atomes d'oxygène adsorbés.

- Chauffage du substrat

Une fois la pression établie, le substrat est chauffé jusqu'à 300°C ; lorsque la température est stabilisée à cette valeur depuis quelques minutes on passe au stade suivant.

- Nettoyage ionique

Le substrat est porté à un potentiel de 500 V. par rapport à la masse. Il se produit une décharge lumineuse, le courant ionique est maintenu à 50 mA pendant 10 minutes. Ce bombardement est très efficace, son action est surtout sensible sur l'adhérence du film car il crée un léger dépolissage de la silice.

- Nettoyage de la cathode

Après avoir arrêté le nettoyage ionique et inversé les polarités du substrat et de la cathode, la tension est réglée vers 2.500 V. obturateur fermé et ce, pendant 10 minutes. Cette manœuvre a pour but de pulvériser la couche superficielle de la cathode.

de et, ainsi, de supprimer les impuretés pouvant être occluses dans le platine superficiel. De plus, cette pré-pulvérisation stabilise la décharge en échauffant la cathode.

- Pulvérisation

Au bout de 10 minutes de nettoyage de cathode, l'obturateur est ouvert, le courant ionique est réglé à la valeur souhaitée, correspondant à une densité de 1,1 mA/cm², puis l'obturateur est fermé après le temps d'exposition désiré.

- Maintien en température

Le substrat est maintenu 30 minutes à 300°C, le réglage du débit d'argon étant inchangé. Puis, le chauffage arrêté, on isole l'enceinte suivant le cas, à l'arrêt du chauffage ou lorsque le substrat atteint 100 ou 50°C (cette température sera appelée par la suite "température d'arrêt du pompage TAP"). Ensuite, le dépôt se refroidit dans une atmosphère d'argon.

Les films étudiés ont été obtenus suivant la technique décrite ci-dessus avec en plus, pour certains, la présence d'une sous-couche de chrome déposée par pulvérisation cathodique à froid pendant 30 s à 2.600 V. Cette sous-couche améliore l'adhérence du platine ; les films obtenus de cette manière sont sensiblement plus adhérents que ceux sans sous-couche, leurs autres propriétés étant semblables. Une très faible épaisseur étant suffisante, le dépôt n'est pas continu et n'intervient pas du point de vue électrique.



3 - THEORIE : PROPRIETES ELECTRIQUES DES COUCHES MINCES.-

3.1. - Généralités

3.1.1. - Résistivité - Libre parcours moyen

La résistivité d'un corps massif se détermine sur le plan théorique en résolvant l'équation de BOLTZMANN en présence d'un champ électrique. Il est possible de montrer [7] que dans le cas d'un corps isotrope la résistivité ne dépend que des propriétés des électrons au niveau de FERMI.

Si la surface de FERMI est supposée être une sphère, on montre que [7] la résistivité ρ_m d'un métal massif est donnée par :

$$(1) \quad \rho_m = \frac{m}{N e^2 \tau}$$

où τ est le temps de relaxation du phénomène de conduction, m la masse de l'électron, e sa charge et N le nombre d'électrons libres par unité de volume.

Ce qui donne en introduisant le libre parcours moyen des électrons :

$$(2) \quad \rho_m = \frac{m v}{N e^2 \ell}$$

comme d'après [9] :

$$m v = h (3 N / 8 \pi)^{1/3}$$

il vient :

$$(3) \quad \rho_m \ell = \left(\frac{3}{8 \pi} \right)^{1/3} \frac{h}{e^2} N^{-2/3} = 1,27.10^4 N^{-2/3} \Omega \text{ cm}^2$$

Le produit de la résistivité par le libre parcours moyen dans le métal n'est fonction que de la concentration des électrons. Si on suppose que cette concentration ne varie pas ou varie peu avec la température et avec les défauts de structure du métal, $\rho_m \ell$ est alors une constante du matériau.

3.1.2. - Notations

Dans la suite des calculs, nous utiliserons les notations suivantes : soient ρ la résistivité d'une couche mince d'épaisseur d , et ρ_{∞} la résistivité lorsque l'épaisseur d tend vers l'infini (ρ_{∞} n'est pas nécessairement la résistivité du métal massif, c'est la résistivité qu'aurait le métal massif s'il possédait la même distribution d'imperfections que la couche mince).

Si la loi de MATTHIESEN reste valable pour le métal massif, on peut écrire :

$$(4) \quad \rho_{\infty} = \rho_{\infty ph} + \rho_{\infty i}$$

où $\rho_{\infty ph}$ et $\rho_{\infty i}$ représentent respectivement la contribution apportée à la résistivité totale par la diffusion des électrons de conduction par les phonons, et celle due à la diminution du libre parcours moyen par les imperfections du réseau cristallin du métal.

Pour le métal pur on a à la température ambiante T :

$$(5) \quad \rho_{\infty ph} \gg \rho_{\infty i}$$

$$\text{ou } (6) \quad \rho_{\infty} \simeq \rho_{\infty ph}$$

Mais dans le cas des couches minces cette inégalité n'est plus valable, le taux d'imperfection est, en général, beaucoup plus important que dans le métal massif, il faut donc tenir compte de $\rho_{\infty i}$, ce qui signifie que la résistivité ρ_{∞} sera supérieure à celle du métal massif.

3.2. - Théorie de la conductivité de FUCHS-SONDHEIMER

3.2.1. - Introduction

La théorie de FUCHS-SONDHEIMER [8] [9] utilise le modèle des électrons libres.

Soit un film mince métallique d'épaisseur d , l'axe des z étant perpendiculaire au plan du film, les surfaces du film sont les plans $z=0$ et $z=d$.

La fonction de distribution des électrons est écrite sous la forme :

$$(7) \quad f = f_0 + f_1(\vec{v}, z)$$

où f_0 est la fonction de FERMI :

$$(8) \quad f_0(\mathcal{E}) = \frac{1}{1 + \exp(\mathcal{E} - \mathcal{E}_F)/kT}$$

$\vec{v}$ étant la vitesse des électrons, z la cote, $\mathcal{E}$ l'énergie et $\mathcal{E}_F$ l'énergie au niveau de FERMI.

Le champ électrique E est parallèle à l'axe des x , figure 6.

L'équation de BOLTZMANN caractérisant l'état d'équilibre s'écrit :

$$(9) \quad -\frac{e}{m} \vec{E} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}_v f + \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}_z f = -\frac{f - f_0}{\tau}$$

Le temps de relaxation τ ne dépend que de la valeur absolue de la vitesse v . Si on néglige le produit de E par f_1 (ce qui est valable tant que les déviations à la loi d'OHM ne sont pas importantes) l'équation de BOLTZMANN se réduit à :

$$(10) \quad \frac{\partial f_1}{\partial z} + \frac{f_1}{\tau v_z} = \frac{eE}{m v_z} \frac{\partial f_0}{\partial \mathcal{E}}$$

$$(11) \quad f_1(v, z) = \frac{e\tau E}{m} \frac{\partial f_0}{\partial v_x} \left\{ 1 + F(v) \exp\left(\frac{-z}{\tau v_z}\right) \right\}$$

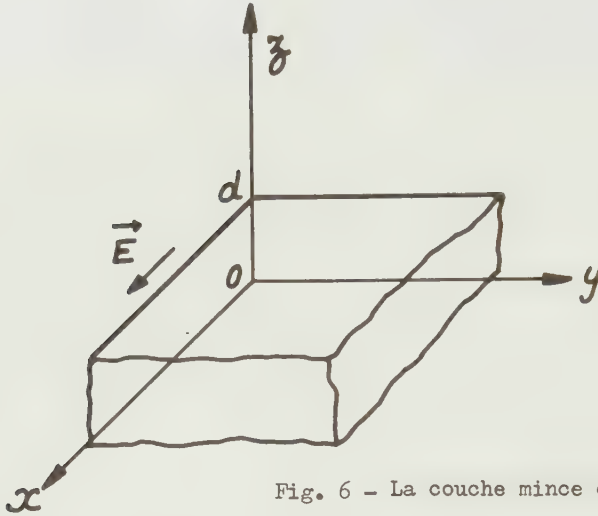


Fig. 6 - La couche mince dans son système de référence

3.2.2. - Réflexion purement diffuse

Une première hypothèse admet que chaque libre parcours se termine lors d'une collision avec la surface, ce qui revient à dire que la réflexion est purement diffuse. Dans ce cas, la fonction de distribution des électrons issus de chaque surface est indépendante de la direction et du champ électrique. On a donc :

$$\begin{aligned} f_1(\vec{v}, 0) &= 0 \text{ quel que soit } \vec{v} \text{ tel que } v_z > 0 \\ \text{et } f_1(\vec{v}, d) &= 0 \text{ quel que soit } \vec{v} \text{ tel que } v_z < 0 \end{aligned}$$

On écrira :

$$\left| \begin{array}{ll} f_1 = f_1^- & \text{si } v_z < 0 \\ f_1 = f_1^+ & \text{si } v_z > 0 \end{array} \right.$$

Ces deux fonctions peuvent s'écrire :

$$(12) \quad \left| \begin{array}{l} f_1^+(v, z) = \frac{e\tau}{m} E \frac{\partial f_0}{\partial v_x} \left\{ 1 - \exp\left(\frac{-z}{\tau v_z}\right) \right\} \quad (v_z > 0) \\ f_1^-(v, z) = \frac{e\tau}{m} E \frac{\partial f_0}{\partial v_x} \left\{ 1 - \exp\left(\frac{d-z}{\tau v_z}\right) \right\} \quad (v_z < 0) \end{array} \right.$$

La densité de courant, suivant la côté z , est donnée par :

$$(13) \quad j(z) = -e \int_0^\infty v_x f_1 dv$$

la densité de courant total est :

$$(14) \quad J = \frac{1}{d} \int_0^d j(z) dz$$

Finalement, la conductibilité de la couche mince est donnée par la relation :

$$(15) \quad \frac{\sigma_\infty}{\sigma} = \frac{K(x)}{x}$$

où $x = d/\ell$ et $\sigma_\infty = \frac{8\pi}{3} \frac{e^2 m^2}{h^3} \tau v^3$ [9]

et, d'après (12), (13), (14) et (15) :

$$(16) \quad \frac{1}{K(x)} = \frac{1}{x} - \frac{3}{8x^2} + \frac{3}{2x} \int_1^\infty \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) e^{-xt} dt$$

t étant une variable d'intégration

ce qui peut s'écrire :

$$(17) \quad \frac{\sigma}{\sigma_\infty} = 1 + \frac{3}{4} \left(x - \frac{x^3}{12} \right) B(x) - \frac{3}{8x} (1 - e^{-x}) - \left(\frac{5}{8} + \frac{x}{16} - \frac{x^2}{16} \right) e^{-x}$$

avec :

$$B(x) = -Ei(-x) = \int_x^\infty \frac{e^{-\xi}}{\xi} d\xi$$

Expression se prêtant mieux aux calculs numériques.

La résolution de l'équation (17) dans les cas limites donne :

- pour $x \ll 1$ soit $d \ll \ell$, ce qui correspond à des couches très minces :

$$(18) \quad \frac{\sigma}{\sigma_\infty} = \frac{\rho_\infty}{\rho} = \frac{3x \log 1/x}{4}$$

- pour $x \gg 1$ soit $d \gg \ell$, ce qui correspond à des couches épaisses :

$$(19) \quad \frac{\sigma}{\sigma_\infty} = \frac{\rho_\infty}{\rho} = 1 - \frac{3}{8x}$$

3.2.3. - Réflexion partiellement diffuse et partiellement spéculaire

Le paragraphe précédent a traité de la réflexion purement diffuse.

Soit p la fraction d'électrons de conduction réfléchis spéculairement par la surface, c'est-à-dire avec conservation de la quantité de mouvement.

Lorsque $p=0$ la réflexion est diffuse, elle est spéculaire lorsque $p=1$, dans ce dernier cas l'effet de couche mince n'agit pas puisqu'il y a conservation de la quantité de mouvement.

p est supposé être une constante indépendante de la direction du mouvement des électrons ; ceci est, en fait, un modèle très artificiel mais permet, dans l'ignorance d'une théorie détaillée du mécanisme de la réflexion de surface, de conduire certains calculs avec des hypothèses simples.

Maintenant, les fonctions de distributions pour $z=0$ et $z=d$ s'écrivent :

$$(20) \quad \begin{aligned} f_0 + f_1^+ (v_z, z=0) &= p \left\{ f_0 + f_1^- (-v_z, z=0) \right\} + (1-p) f_0 \\ f_0 + f_1^- (v_z, z=d) &= p \left\{ f_0 + f_1^+ (-v_z, z=d) \right\} + (1-p) f_0 \end{aligned}$$

soit finalement :

$$(21) \quad \begin{aligned} f_1^+ (v, z) &= \frac{e\tau}{m} E \frac{\partial f_0}{\partial v_x} \left\{ 1 - \frac{1-p}{1-p \exp(-d/\tau v_z)} \exp\left(\frac{-z}{\tau v_z}\right) \right\} v_z > 0 \\ f_1^- (v, z) &= \frac{e\tau}{m} E \frac{\partial f_0}{\partial v_x} \left\{ 1 - \frac{1-p}{1-p \exp(d/\tau v_z)} \exp\left(\frac{d-z}{\tau v_z}\right) \right\} v_z < 0 \end{aligned}$$

Comme précédemment, il est possible d'exprimer σ_∞/σ sous la forme de l'équation (15) en remplaçant $K(x)$ par $K_p(x)$, tel que :

$$(22) \quad \frac{1}{K_p(x)} = \frac{1}{x} - \frac{3}{8x^2} (1-p) \int_1^\infty \frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \frac{1 - e^{-xt}}{1 - p e^{-xt}} dt$$

ce qui donne :

$$(23) \quad \frac{\sigma}{\sigma_{\infty}} = 1 - \frac{3(1-p)}{8x} + \frac{3}{4x} (1-p)^2 \sum_{v=1}^{\infty} p^{v-1} \left\{ B(xv) \left[x^2 v^2 - \frac{x^4 v^4}{12} \right] + e^{-xv} \left[\frac{1}{2} - \frac{5}{6} xv - \frac{x^2 v^2}{12} + \frac{x^3 v^3}{12} \right] \right\}$$

Les limites de l'équation (23), semblable à l'expression (17), sont :

- pour $x \gg 1$ soit $d \gg \ell$

$$(24) \quad \frac{\sigma}{\sigma_{\infty}} = \frac{\rho_{\infty}}{\rho} \approx 1 - \frac{3(1-p)}{8x}$$

- pour $x \ll 1$ soit $d \ll \ell$

$$(25) \quad \frac{\sigma}{\sigma_{\infty}} = \frac{\rho_{\infty}}{\rho} \approx \frac{3}{4} \frac{1+p}{1-p} x \log \frac{1}{x}$$

Les figures 7 et 8 représentent le rapport $\rho_{\infty}/\rho = F(p, x)$ pour x variant de 0,01 à 100 et ce pour différentes valeurs de p .

$x \backslash p$	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,01	0,03773	0,04370	0,05081	0,05949	0,07039	0,08459	0,1039	0,1327	0,1813	0,2816
0,02	0,06522	0,07492	0,08636	0,1002	0,1173	0,1392	0,1685	0,2109	0,2790	0,4147
0,05	0,1294	0,1465	0,1664	0,1898	0,2181	0,2532	0,2984	0,3600	0,4511	0,6077
0,1	0,2091	0,2333	0,2609	0,2927	0,3300	0,3748	0,4301	0,5011	0,5976	0,7417
0,2	0,3230	0,3538	0,3880	0,4263	0,4697	0,5195	0,5777	0,6475	0,7337	0,8452
0,5	0,5219	0,5552	0,5906	0,6283	0,6687	0,7122	0,7593	0,8106	0,8669	0,9296
1	0,6839	0,7113	0,7395	0,7684	0,7983	0,8291	0,8609	0,8938	0,9279	0,9632
2	0,8191	0,8366	0,8543	0,8721	0,8899	0,9080	0,9261	0,9444	0,9628	0,9813
5	0,9251	0,9325	0,9400	0,9475	0,9550	0,9625	0,9700	0,9775	0,9850	0,9925
10	0,9625	0,9662	0,9700	0,9737	0,9775	0,9812	0,9850	0,9887	0,9925	0,9963
20	0,9812	0,9831	0,9850	0,9869	0,9887	0,9906	0,9925	0,9944	0,9963	0,9981
50	0,9925	0,9933	0,9940	0,9948	0,9955	0,9963	0,9970	0,9978	0,9985	0,9993
100	0,9963	0,9966	0,9970	0,9974	0,9978	0,9981	0,9985	0,9989	0,9993	0,9996

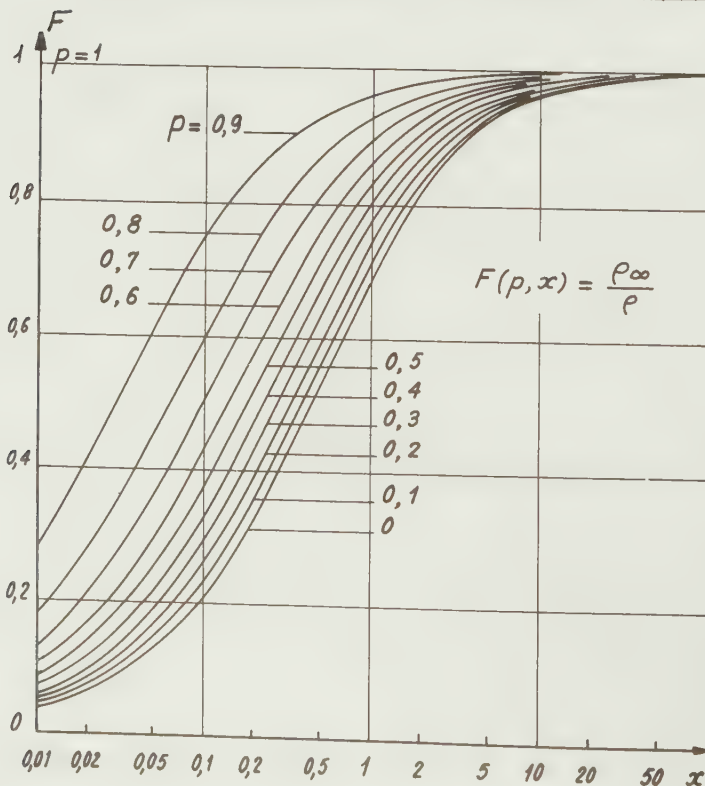


Fig. 7 et 8 - Valeurs et variations de la fonction $F(p, x) = \frac{\rho_{\infty}}{\rho}$

Remarques

- a) - Pour $p = 1$, la résistivité en couche mince a la même valeur que le métal massif ayant le même taux d'impuretés ; la réflexion des électrons sur les surfaces limites du film est purement spéculaire, tout se passe comme s'il n'y avait pas d'effet dimensionnel puisque le libre parcours moyen n'est pas perturbé par la présence des surfaces.
- b) - Jusqu'à présent, on a supposé que p avait la même valeur pour les deux faces. LUCAS [10] a montré que l'on avait :

$$(26) \quad \frac{\sigma}{\sigma_{\infty}} = \frac{\rho_{\infty}}{\rho} = 1 - \frac{3}{16x} (2-p-q) \quad \text{pour } x \gg 1$$

dans le cas où à chaque interface il correspond respectivement p et q , la figure 9 représente ces résultats pour différentes valeurs de p et q .

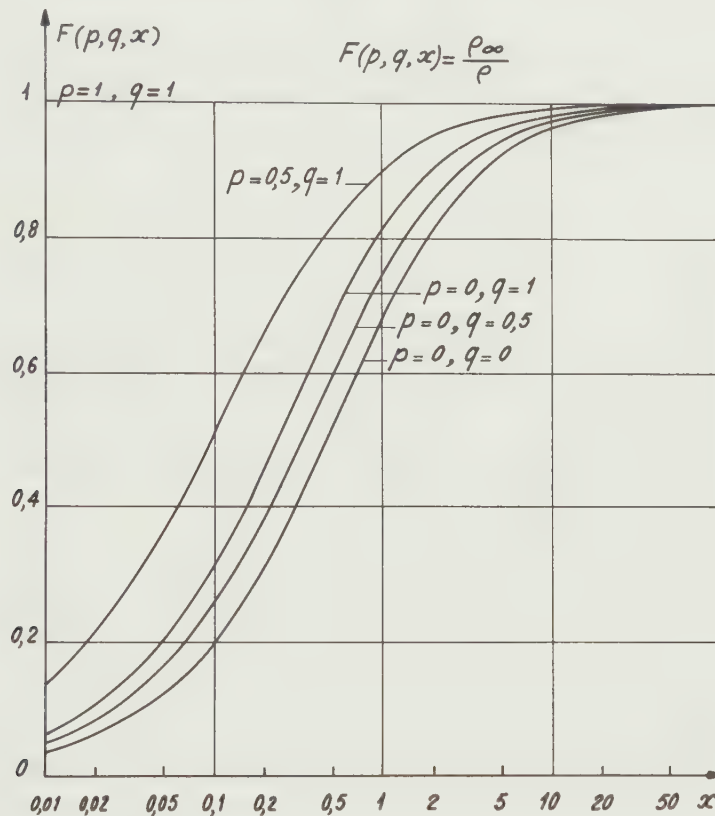


Fig. 9 - Courbes représentatives du rapport ρ_{∞}/ρ lorsque les deux faces de la couche mince sont différenciées

L'étude d'une couche mince sur son support se rapproche plus du cas de deux paramètres, mais dans la suite des calculs un seul paramètre p sera pris en considération dans un but de simplification.

A partir de la connaissance de la fonction $F(p, x)$, de sa dérivée $\frac{dF}{dx}(p, x)$, de données concernant le métal massif pur (libre parcours moyen des électrons ℓ_{ph} , résistivité ρ_{ph} , et dérivée de la résistivité par rapport à la température $d\rho_{ph}/dT$) et de mesures effectuées sur chaque dépôt (largeur b , longueur a et variation de la résistance R avec la température T) il est possible de déterminer les caractéristiques de chaque film, épaisseur d , résistivité ρ et coefficient de réflexion des électrons p .

On obtient également les valeurs des paramètres concernant les couches épaisses ayant la même structure que la couche mince, pour cela il faut agir sur un ensemble de dépôts de même structure mais d'épaisseur différente, on arrive ainsi à la connaissance du libre parcours moyen ℓ_0 , de la résistivité ρ_{∞} et du coefficient de température α_{∞} .

La façon de mener ces calculs est décrite dans les paragraphes suivants et représentée sur l'organigramme des calculs, figure 41.

3.3. - Calcul de l'épaisseur

3.3.1. - Détermination théorique de l'épaisseur

A partir des calculs précédents, nous avons pu déterminer différents paramètres des couches minces : épaisseur fonction des propriétés électriques du film et coefficient de température en fonction de l'épaisseur.

La résistance R d'un échantillon parallélépipédique dont les surfaces équipotentielles sont planes et parallèles, a pour expression :

$$(27) \quad R = \frac{\rho}{d} \cdot \frac{a}{b}$$

a , b , d étant respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur du film.

Si l'influence de la température sur les dimensions du film est négligée, ce qui est vrai à quelques 10^{-3} près, on peut écrire :

$$(28) \quad \frac{dR}{dT} = \frac{d\rho}{dT} \cdot \frac{a}{b} \cdot \frac{1}{d}$$

Il a été vu que :

$$\frac{\rho_{\infty}}{\rho} = F(p, x)$$

soit en dérivant par rapport à la température, dans l'hypothèse où p est indépendant de cette dernière :

$$(29) \quad \frac{d\rho}{dT} = \frac{1}{F} \frac{d\rho_{\infty}}{dT} - \frac{\rho_{\infty}}{F^2} \frac{dF}{dx} \cdot \frac{dx}{dT}$$

le libre parcours moyen est tel que

$$\ell = A / \rho_{\infty} \quad A \text{ étant une constante du métal,}$$

par définition :

$$x = d / \ell$$

$$\text{donc : } x = \frac{d\rho_{\infty}}{A} \quad \text{et} \quad \frac{dx}{dT} = \frac{d}{A} \cdot \frac{d\rho_{\infty}}{dT} \quad (30)$$

soit en reportant ce résultat dans l'équation (29)

$$(31) \quad \frac{d\rho}{dT} = \frac{d\rho_{\infty}}{dT} \left[\frac{1}{F} - \frac{x}{F^2} \frac{dF}{dx} \right]$$

En admettant que la résistivité résiduelle due aux imperfections du réseau est indépendante de la température, il vient :

$$(32) \quad \frac{d\rho_{\infty}}{dT} = \frac{d\rho_{\infty ph}}{dT}$$

(Par la suite, $\rho_{\infty ph}$ sera écrit plus simplement ρ_{ph})

soit :

$$(33) \quad \frac{d\rho}{dT} = \frac{d\rho_{ph}}{dT} \left[\frac{1}{F} - \frac{x}{F^2} \frac{dF}{dx} \right] = \frac{d\rho_{ph}}{dT} \cdot G(p, x)$$

Si la fonction $G(p, x)$ est égale à 1 ou voisine de cette valeur, (le paragraphe suivant le montre) on a :

$$(34) \quad \frac{d\rho}{dT} \approx \frac{d\rho_{ph}}{dT}$$

soit :

$$\frac{dR}{dT} = \frac{d\rho_{ph}}{dT} \cdot \frac{a}{b} \cdot \frac{1}{d}$$

qui peut s'écrire :

$$(35) \quad d = \frac{a}{b} \cdot \frac{d\rho_{ph}}{dT} \cdot \frac{1}{R\alpha}$$

α est le coefficient de variation de la résistance en fonction de la température, plus simplement appelé coefficient de température, défini par :

$$(36) \quad \alpha = \frac{1}{R} \cdot \frac{dR}{dT} = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{d\rho}{dT}$$

Le produit $R\alpha$ est donc uniquement fonction de l'épaisseur $d\rho_{ph}/dT$ il est donc indépendant des propriétés qu'aurait le métal massif ayant le même taux d'impuretés que la couche mince et ce, quelles que soient les conditions de dépôt. Dans la limite de validité de l'expression (34), la connaissance de $R\alpha$ permet de déterminer l'épaisseur.

3.3.2. - Evaluation de l'erreur sur l'épaisseur

Pour déterminer l'erreur sur l'épaisseur, il est nécessaire de connaître la fonction G et pour cela de calculer dF/dx . On a :

$$\begin{aligned} \frac{dF}{dx} = & \frac{3(1-p)}{8x^2} + \frac{3}{4x^2} (1-p)^2 \sum_{v=1}^{\infty} p^{v-1} \left\{ B(xv) \left[x^2 v^2 - \frac{x^4 v^4}{4} \right] \right. \\ & \left. + e^{-xv} \left[-\frac{1}{2} - \frac{xv}{2} - \frac{x^2 v^2}{4} + \frac{x^3 v^3}{4} \right] \right\} \end{aligned}$$

Le tableau de la figure 10 représente les résultats des calculs pour différentes valeurs de x et de p .

Ce résultat permet d'obtenir les valeurs de G , figure 11, et le tracé des courbes $G(p, x)$, figure 12.

En pratique, pour la majorité des dépôts considérés, $\frac{dR}{dT}$ est constant entre 200 et 400°K, ce qui permet d'utiliser la valeur à 0°C : $R_0 \alpha_0$.

Dans un premier temps l'épaisseur est calculée à l'aide de (35) et en admettant la validité de l'équation (34), puis de l'épaisseur on déduit le rapport d/ℓ et la valeur de $G(p=0, x)$ (l'épaisseur est majorée en prenant $p=0$). Ensuite, à partir de G , on atteint une valeur corrigée de l'épaisseur par les équations (28) et (33); il serait possible de réitérer cette méthode mais, étant données les erreurs expérimentales, la correction sera inappréciable sur les valeurs des autres paramètres.

L'erreur sur l'épaisseur dépend de celles sur $d\rho_{ph}/dT$ et $R\alpha$ et de la valeur de l'épaisseur; pour un film d'un demi-libre parcours d'épaisseur l'erreur sur celle-ci, due à l'approximation $G=1$, est inférieure à 5 %.

En pratique, étant donné l'incertitude sur le calcul de d une seule correction sera effectuée pour les dépôts dont l'épaisseur est inférieure à ℓ .

$\frac{p}{x}$	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,01	3,031	3,467	3,975	4,583	5,329	6,271	7,531	9,253	11,92	17,79
0,02	2,521	2,845	3,221	3,661	4,185	4,827	5,639	6,698	8,146	10,23
0,05	1,862	2,053	2,266	2,504	2,772	3,079	3,418	3,792	4,146	4,157
0,1	1,387	1,492	1,602	1,718	1,837	1,954	2,060	2,129	2,096	1,742
0,2	0,9493	0,9882	1,024	1,055	1,077	1,086	1,072	1,018	0,8914	0,6179
0,5	0,4720	0,4649	0,4538	0,4378	0,4157	0,3858	0,3459	0,2930	0,2226	0,1283
1	0,2225	0,2097	0,1954	0,1795	0,1617	0,1418	0,1195	0,09461	0,06669	0,03532
2	0,08106	0,07398	0,06670	0,05920	0,05147	0,04352	0,03533	0,02689	0,01819	0,009234
5	0,01493	0,01344	0,01195	0,01046	0,008973	0,007481	0,005988	0,004493	0,002997	0,001499
10	0,003750	0,003375	0,003000	0,002625	0,002250	0,001875	0,001500	0,001125	0,0007500	0,0003750
20	0,0019375	0,001738	0,001538	0,001338	0,001138	0,000938	0,000738	0,000538	0,000338	0,0001375
50	0,0003750	0,0003375	0,0003000	0,0002625	0,0002250	0,0001875	0,0001500	0,0001125	0,00007500	0,00003750
100	0,0001875	0,0001688	0,0001500	0,0001313	0,0001125	0,0000938	0,0000750	0,0000563	0,0000375	0,0000188

$$\frac{dF(p, x)}{dx}$$

Fig. 10 - Valeurs de la dérivée $dF/\partial x$

$x \backslash p$	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,01	5,212	4,729	4,284	3,860	3,451	3,058	2,648	2,276	1,889	1,308
0,02	3,479	3,207	2,942	2,687	2,442	2,202	1,953	1,730	1,491	1,222
0,05	2,168	2,043	1,918	1,793	1,671	1,550	1,432	1,315	1,198	1,083
0,1	1,610	1,545	1,479	1,411	1,343	1,277	1,211	1,148	1,086	1,032
0,2	1,276	1,248	1,217	1,185	1,153	1,120	1,089	1,059	1,032	1,010
0,5	1,050	1,047	1,042	1,037	1,031	1,024	1,017	1,010	1,005	1,001
1	0,9865	0,9914	0,9950	0,9974	0,9989	0,9998	1,000	1,000	1,000	1,000
2	0,9792	0,9839	0,9878	0,9910	0,9937	0,9957	0,9974	0,9986	0,9994	0,9999
5	0,9937	0,9951	0,9962	0,9972	0,9979	0,9986	0,9991	0,9995	0,9998	0,9999
10	0,9978	0,9988	0,9990	0,9993	0,9995	0,9997	0,9998	0,9999	0,9999	0,9999
20	0,9996	0,9997	0,9998	0,9998	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	1,000
50	0,9999	0,9999	1,000	0,9999	1,000	0,9999	1,000	0,9999	1,000	0,9999
100	0,9999	1,000	1,000	1,000	0,9999	1,000	1,000	1,000	0,9999	1,000

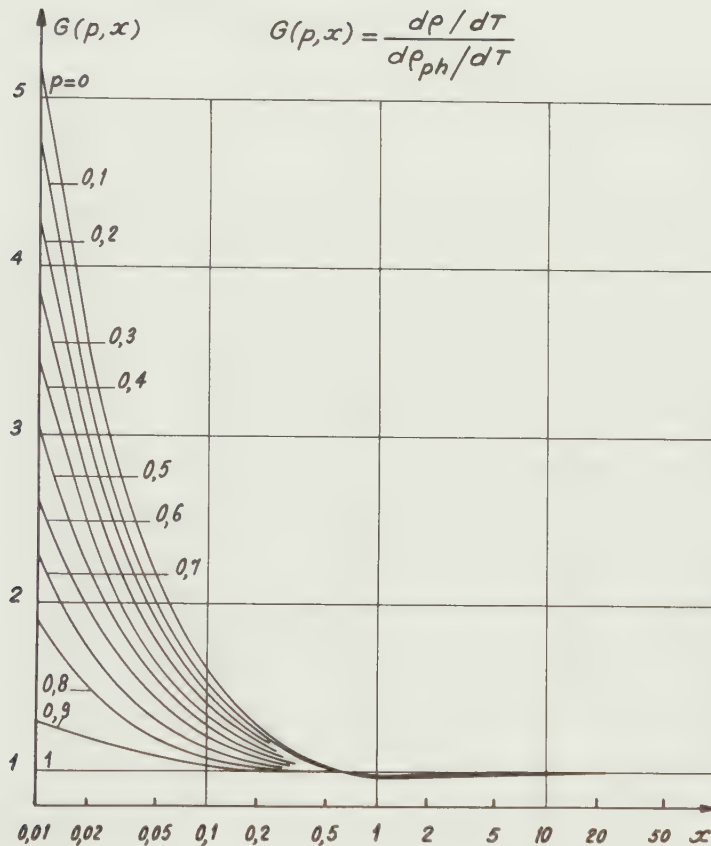


Fig. 11 et 12 - Valeurs et variation de la fonction $G(p, x) = \frac{dp/dT}{d\rho_{ph}/dT}$

3.4. - Coefficient de température

3.4.1. - Détermination théorique du coefficient de température fonction de l'épaisseur

Partant de l'équation $\rho_{\infty}/\rho = F(p, x)$ et de la définition du coefficient de température :

$$\alpha = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dT}$$

il vient :

$$(37) \quad \alpha \, dT = \frac{d\rho}{\rho} = \frac{d\rho_{\infty}}{\rho_{\infty}} - \frac{dF}{F}$$

tenons compte que :

$$x = d/\ell \quad \text{et} \quad \ell \, \rho_{\infty} = A$$

soit :

$$(38) \quad \frac{dx}{x} = - \frac{d\ell}{\ell} = \frac{d\rho_{\infty}}{\rho_{\infty}} = \alpha_{\infty} \, dT$$

finalement, il est possible d'écrire :

$$(39) \quad \frac{\alpha}{\alpha_{\infty}} = \left[1 - \frac{x}{F} \frac{dF}{dx} \right] = H(p, x)$$

Les figures 13 et 14 représentent respectivement les valeurs et les courbes de $H(p, x)$ pour différentes valeurs de x et de p .

Pour $x \gg 1$ on a la forme asymptotique :

$$(40) \quad \frac{\alpha}{\alpha_{\infty}} \approx 1 - \frac{3}{8x} (1-p)$$

$\begin{matrix} p \\ x \end{matrix}$	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0,01	0,1967	0,2066	0,2177	0,2296	0,2429	0,2587	0,2752	0,3020	0,3425	0,3683
0,02	0,2269	0,2403	0,2541	0,2693	0,2864	0,3065	0,3292	0,3648	0,4161	0,5066
0,05	0,2805	0,2993	0,3191	0,3404	0,3645	0,3926	0,4273	0,4733	0,5405	0,6580
0,1	0,3367	0,3605	0,3860	0,4131	0,4433	0,4787	0,5210	0,5751	0,6493	0,7651
0,2	0,4122	0,4414	0,4722	0,5050	0,5414	0,5819	0,6289	0,6856	0,7570	0,8538
0,5	0,5478	0,5813	0,6158	0,6516	0,6892	0,7291	0,7722	0,8193	0,8716	0,9310
1	0,6747	0,7052	0,7358	0,7664	0,7974	0,8290	0,8612	0,8941	0,9281	0,9633
2	0,8021	0,8231	0,8438	0,8642	0,8843	0,9041	0,9237	0,9431	0,9622	0,9812
5	0,9193	0,9279	0,9364	0,9448	0,9530	0,9611	0,9691	0,9770	0,9848	0,9924
10	0,9604	0,9651	0,9691	0,9730	0,9770	0,9809	0,9848	0,9886	0,9924	0,9962
20	0,9803	0,9828	0,9848	0,9867	0,9886	0,9905	0,9924	0,9943	0,9962	0,9981
50	0,9924	0,9932	0,9940	0,9947	0,9955	0,9962	0,9970	0,9977	0,9985	0,9992
100	0,9962	0,9966	0,9970	0,9974	0,9977	0,9981	0,9985	0,9989	0,9992	0,9996

Fig. 13 - Valeurs de la fonction $H(p, x) = \frac{\alpha}{\alpha_{\infty}}$

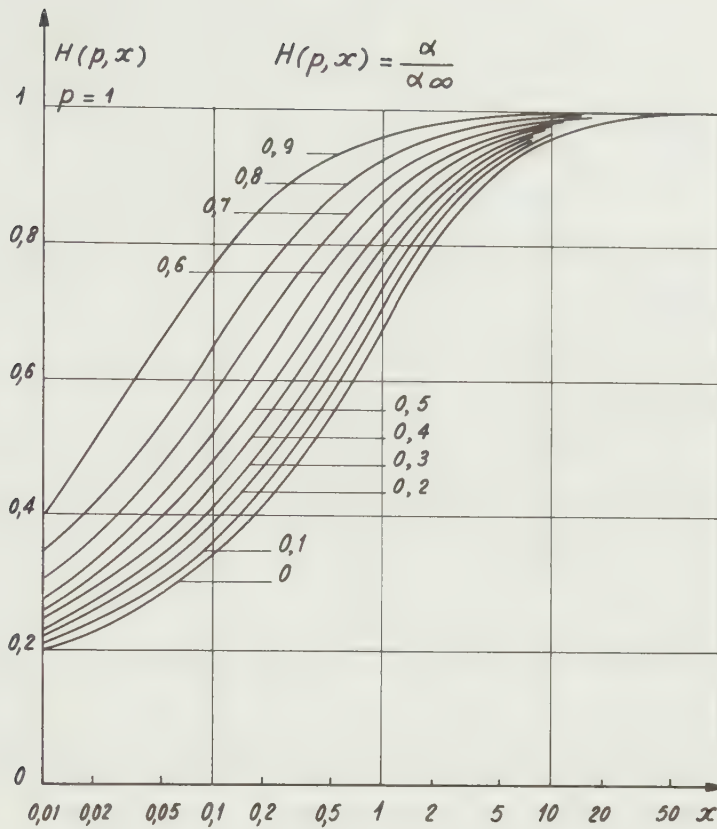


Fig. 14 - Variation de la fonction $H(p, x) = \frac{\alpha}{\alpha_{\infty}}$

3.4.2. - Propriété de la courbe $\alpha d = f(d)$

L'équation (40) peut s'écrire :

$$(41) \quad \alpha d = \alpha_{\infty} \left[d - \frac{3}{8} \ell (1-p) \right]$$

La courbe $\alpha d = f(d)$ tracée pour $x \gg 1$ est une droite de pente α_{∞} et qui coupe l'axe des épaisseurs en un point tel que :

$$d = \frac{3}{8} \ell (1-p)$$

Si la valeur de p est connue, il est possible de déduire le libre parcours moyen des électrons ℓ qui intervient dans les calculs.

Pour différentes valeurs de p , les droites $\alpha d = f(d)$ sont des parallèles, le libre parcours moyen minimal est obtenu pour $p = 0$; c'est celui-ci qui sera utilisé dans la suite des calculs (l'ordre de grandeur du libre parcours moyen obtenu de cette façon est le même que celui que l'on peut trouver pour le métal massif pur).

3.5. - Calcul de la résistivité

La résistivité d'un film parallélépipédique de longueur a , de largeur b , d'épaisseur d et de résistance R est :

$$(42) \quad \rho = R \cdot d \cdot \frac{b}{a}$$

soit en remplaçant d par l'expression (28) :

$$(43) \quad \rho = G \frac{d \rho_{ph}}{1}$$

Dans la plupart des cas $G \simeq 1$, il est possible d'écrire à 0°C

$$(44) \quad \rho_0 \simeq \frac{d\rho_{ph}}{dT} \cdot \frac{1}{\alpha_0}$$

par définition, le produit $\alpha_\infty \rho_\infty = \frac{d\rho_\infty}{dT}$

or, la fonction G tend vers 1 lorsque x tend vers l'infini, on a :

$$\frac{d\rho_\infty}{dT} = \frac{d\rho_{ph}}{dT}$$

$$\text{soit : (45)} \quad \alpha_\infty \rho_\infty = \alpha_{ph} \rho_{ph} = B$$

B est une constante du métal,

tant que l'on peut admettre $G = 1$ le produit ρ_α est constant.

Pour des épaisseurs plus faibles, ou des températures plus basses, il est nécessaire d'utiliser l'équation (43) pour déterminer la résistivité de la couche mince.

3.6. - Variation de la résistivité et du coefficient de température en fonction de la température

Lorsque la température décroît, la résistivité du métal massif diminue, il est possible de calculer le libre parcours moyen à la température T en admettant

$$\rho_{ph} \ell_{ph} = C^{ste}.$$

Cette valeur est différente de celle qu'il faudrait utiliser ; en effet, elle correspond au métal pur et non au métal massif ayant le même taux d'impuretés que la couche mince ; mais, étant donné que c'est la seule valeur que l'on puisse atteindre à partir de la théorie et de données expérimentales [11], nous l'utiliserons malgré tout.

WHITE [11] donne la résistivité du métal pur pour différentes températures, à partir de la valeur du libre parcours moyen à 0°C , calculé plus loin, et de la relation $\rho \ell = C^{ste}$, ℓ peut être calculé pour chaque température puis grâce à la relation de FUCHS, pour une épaisseur donnée et un paramètre p donné, on en déduit la résistivité correspondante à la couche mince pour laquelle $\rho_i = 0$, ces résultats se trouvent réunis dans le tableau figure 15 et sur les courbes figure 16 tracées pour $d = 200 \text{ \AA}$, $p = 0, 1/2$, $\rho_i = 0$ dans le domaine de température de 30 à 295°K .

Lorsque la température diminue, on observe une augmentation de pente de la courbe $\rho = f(T)$ plus importante pour $p = 0$ que pour $p = 1/2$; entre 60 et 295°K la pente est constante pour $p = 1$.

Pour évaluer la variation de pente à une température donnée par rapport à la pente à l'ambiante, il serait nécessaire de dilater l'échelle des températures ; cette méthode dépendant des résultats expérimentaux de WHITE est assez peu précise.

Il est également possible de calculer la variation de pente correspondante à deux températures (70 et 273°K) pour différentes valeurs de p et de l'épaisseur.

On a :

$$(46) \quad \alpha \rho = \frac{d\rho}{dT} = \frac{d\rho_\infty}{dT} \cdot G(p, x) = \alpha_\infty \rho_\infty G(p, x)$$

soient $x_1 = d/\ell_1$ à la température T_1

$x_2 = d/\ell_2$ à la température T_2

et G_1 , et G_2 les fonctions correspondantes.

La variation de pente par rapport à la valeur initiale ρ, α , est définie par :

$$(47) \quad \frac{\Delta \rho_\alpha}{\rho_1 \alpha_1} = \frac{\rho_2 \alpha_2 - \rho_1 \alpha_1}{\rho_1 \alpha_1}$$

T °K	ρ_{∞} $\mu\Omega\text{ cm}$	l_{∞} $\text{\AA}$	$\rho(p=0)$ $\mu\Omega\text{ cm}$	$\rho(p=0,5)$ $\mu\Omega\text{ cm}$
295	10,42	107	12,94	11,58
273	9,59	117	12,19	10,75
250	8,70	129	11,30	9,89
220	7,54	149	10,13	8,72
200	6,76	166	9,39	7,93
180	5,97	188	8,60	7,15
160	5,18	216	7,79	6,34
140	4,37	256	7,03	5,53
120	3,56	315	6,19	4,72
100	2,74	409	5,32	3,88
90	2,32	483	4,89	3,48
80	1,90	589	4,42	3,02
70	1,49	752	3,87	2,57
60	1,09	1028	3,49	2,14
50	0,719	1558	2,93	1,69
40	0,396	2828	2,40	1,29
30	0,160	7000	1,80	0,870

Fig. 15 - Valeurs de $\rho_{\infty}, \rho_p=0, \rho_p=0,5$
calculées à partir des données
de WHITE et WOODS

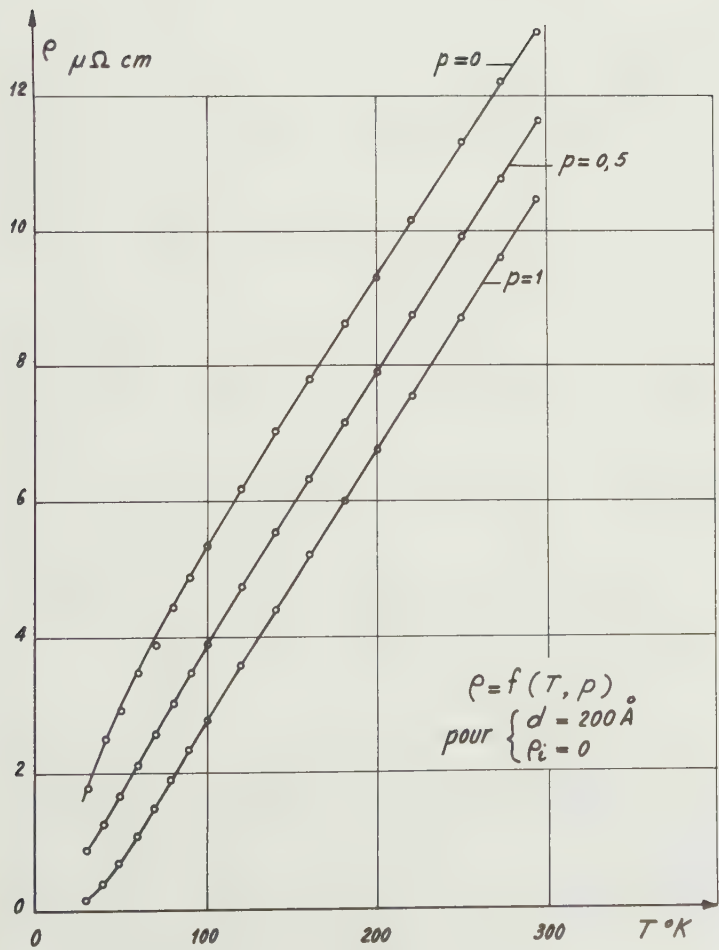


Fig. 16 - Résistivité du platine en fonction de la température pour différentes valeurs de p si $d = 200 \text{ \AA}$ et $\rho_i = 0$

soit :

$$(48) \quad \frac{\Delta \rho \alpha}{\rho_1 \alpha_1} = \frac{G_2 - G_1}{G_1}$$

le produit $\alpha_\infty \rho_\infty$ étant constant dans le domaine de température considéré. A partir de la fonction $G(p, x)$ calculée précédemment, il est possible de tracer la courbe $\frac{\Delta G}{G} = f(p, d)$, figure 17, pour une valeur donnée du libre parcours moyen ; la valeur du coefficient ρ d'un film peut donc être caractérisée par la variation de la pente de la courbe $\rho = f(\tau)$ à deux températures T_1 et T_2 .

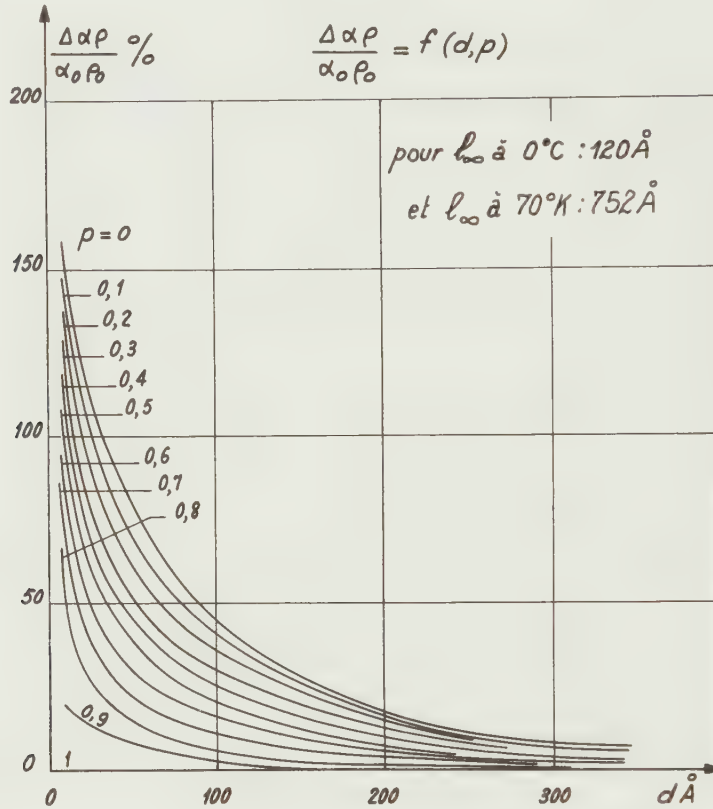


Fig. 17 - Variation relative de $\alpha \rho$ suivant d et p pour $l_\infty = 120 \text{ Å}$

En négligeant les variations des dimensions de la couche avec la température

$$\frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{d\rho}{dT}$$

et il vient :

$$(49) \quad \frac{\Delta \rho \alpha}{\rho_1 \alpha_1} = \frac{\Delta R \alpha}{R_1 \alpha_1} = \frac{G_2 - G_1}{G_1}$$

Le produit $R \alpha$ est accessible aux mesures ; il est donc possible de connaître ρ .

3.7. - Cas des couches ultra-minces

Les couches ultra-minces (épaisseur inférieure à 20 Å) ont une structure en flots conduisant à un mécanisme de conduction totalement différent ; il fait appel à deux processus : activation thermique et effet tunnel.

Ce dernier est particulièrement important.

Ces couches ne sont pas utilisées dans le cas des fluxmètres thermiques mais

T °K	ρ_{∞} $\mu\Omega\text{ cm}$	l_{∞} $\text{\AA}$	$\rho(p=0)$ $\mu\Omega\text{ cm}$	$\rho(p=0,5)$ $\mu\Omega\text{ cm}$
295	10,42	107	12,94	11,58
273	9,59	117	12,19	10,75
250	8,70	129	11,30	9,89
220	7,54	149	10,13	8,72
200	6,76	166	9,39	7,93
180	5,97	188	8,60	7,15
160	5,18	216	7,79	6,34
140	4,37	256	7,03	5,53
120	3,56	315	6,19	4,72
100	2,74	409	5,32	3,88
90	2,32	483	4,89	3,48
80	1,90	589	4,42	3,02
70	1,49	752	3,87	2,57
60	1,09	1028	3,49	2,14
50	0,719	1558	2,93	1,69
40	0,396	2828	2,40	1,29
30	0,160	7000	1,80	0,870

Fig. 15 - Valeurs de $l_{\infty}, \rho_p=0, \rho_p=0,5$
calculées à partir des données
de WHITE et WOODS

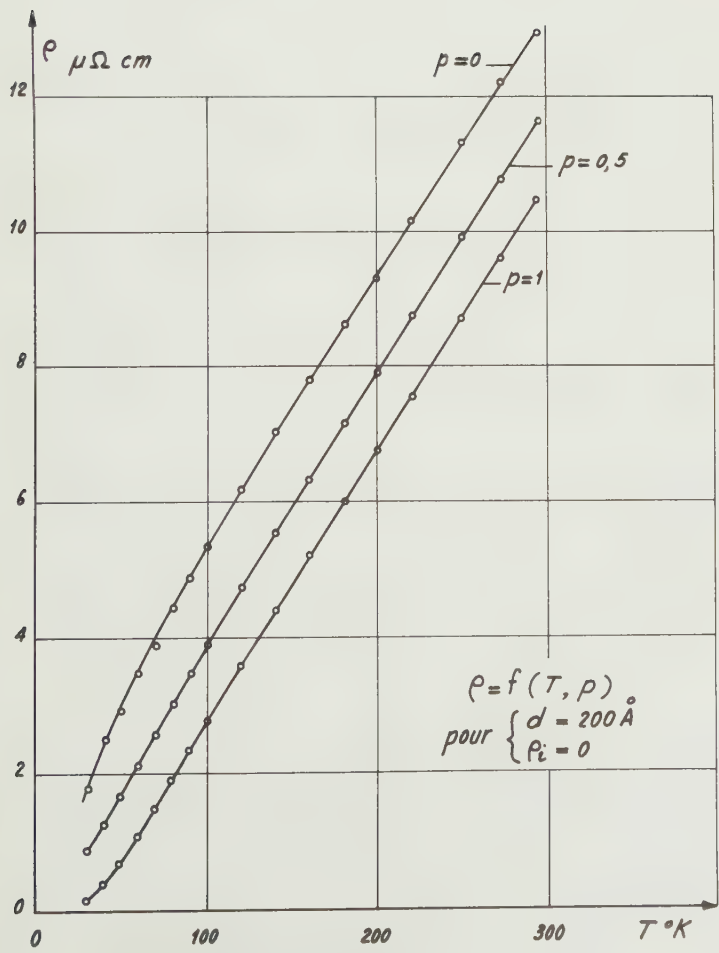


Fig. 16 - Résistivité du platine en fonction de la température pour différentes valeurs de p si $d = 200 \text{ \AA}$ et $\rho_i = 0$

soit :

$$(48) \quad \frac{\Delta \rho_\alpha}{\rho_1 \alpha_1} = \frac{G_2 - G_1}{G_1}$$

le produit $\alpha_\infty \rho_\infty$ étant constant dans le domaine de température considéré. A partir de la fonction $G(\rho, x)$ calculée précédemment, il est possible de tracer la courbe $\frac{\Delta G}{G} = f(p, d)$, figure 17, pour une valeur donnée du libre parcours moyen ; la valeur du coefficient ρ d'un film peut donc être caractérisée par la variation de la pente de la courbe $\rho = f(\tau)$ à deux températures T_1 et T_2 .

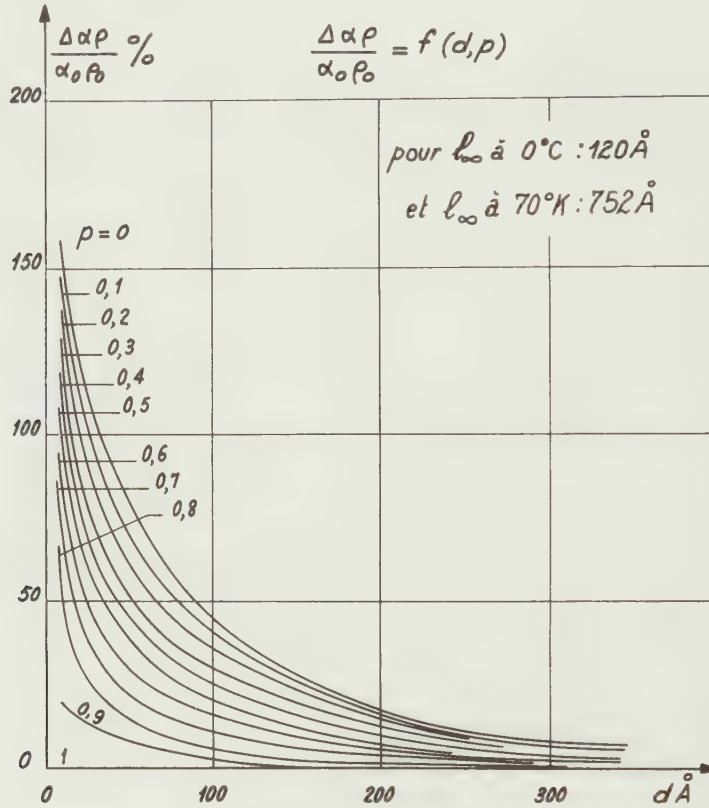


Fig. 17 - Variation relative de $\alpha \rho$ suivant d et p pour $l_\infty = 120 \text{ Å}$

En négligeant les variations des dimensions de la couche avec la température

$$\frac{1}{R} \frac{dR}{dT} = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{d\rho}{dT}$$

et il vient :

$$(49) \quad \frac{\Delta \rho_\alpha}{\rho_1 \alpha_1} = \frac{\Delta R \alpha}{R_1 \alpha_1} = \frac{G_2 - G_1}{G_1}$$

Le produit $R\alpha$ est accessible aux mesures ; il est donc possible de connaître p .

3.7. - Cas des couches ultra-minces

Les couches ultra-minces (épaisseur inférieure à 20 Å) ont une structure en flots conduisant à un mécanisme de conduction totalement différent ; il fait appel à deux processus : activation thermique et effet tunnel.

Ce dernier est particulièrement important.

Ces couches ne sont pas utilisées dans le cas des fluxmètres thermiques mais

malgré cela, nous avons étudié succinctement la conduction de ces couches. Cette étude complète celles des couches minces.

3.7.1. - Effet tunnel

Lorsque deux métaux sont séparés par un isolant, ce dernier se comporte comme une barrière vis à vis du flux électronique passant d'un métal à l'autre ; si cette barrière est suffisamment mince (jusqu'à 20 Å) il y a une probabilité non négligeable pour qu'un électron atteignant la barrière puisse la traverser ; c'est l'effet tunnel.

Soient deux couches minces métalliques séparées par une couche mince isolante d'épaisseur d (inférieure à 20 Å), figure 18, la probabilité de passage à travers la barrière d'énergie ϕ_0 pour un électron de vecteur d'onde $\vec{k}_x$ est proportionnelle à :

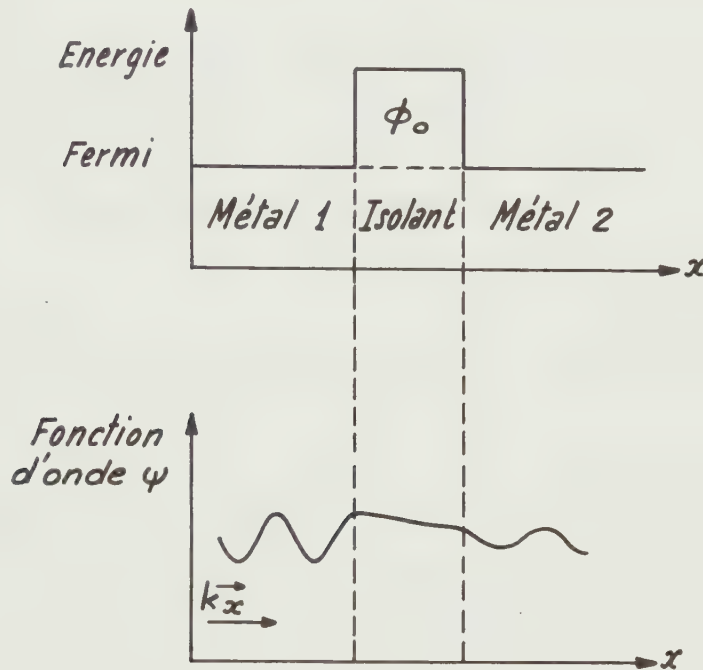


Fig. 18 - Effet tunnel

où :

$$e^{-2k_x d}$$

$$(50) \quad k_x = \frac{1}{\hbar} \sqrt{2m(\phi_0 - E_F)}$$

ce qui correspond physiquement au fait que l'onde associée à la particule peut se propager dans l'isolant, mais elle est alors évanescente.

Si un champ électrique E est appliqué, la caractéristique courant-tension $I(V)$ a une pente proportionnelle aux densités d'états électroniques des bandes de conduction des deux métaux à la surface de FERMI :

- la densité d'états $n_1(E_{F_1})$ d'un côté de l'isolant détermine la densité de courant frappant la barrière ;
- la densité d'états $n_2(E_{F_2})$ de l'autre métal détermine le nombre d'états finaux utilisables pour les électrons ayant traversé la barrière

$$(51) \quad I(V) = D n_1(E_{F_1}) \cdot n_2(E_{F_2})$$

D étant un coefficient de proportionnalité.

L'effet tunnel constitue donc un moyen d'obtenir des informations sur le spectre des excitations électroniques des métaux.

3.7.2. - Conductibilité des couches ultra-minces

NEUGEBAUER [12], BASHARA [13] et d'autres, dont SCALES [14], ont étudié la théorie de la conduction dans les couches ultra-minces.

Comme il a été vu en 3.7., le mécanisme de conduction est créé à partir de deux processus :

- création de porteurs de charge par activation thermique ;
- déplacement d'îlot en îlot des électrons libres ; passage par effet tunnel à travers l'espace vide de largeur moyenne d pour des îlots ayant un rayon moyen r .

Si l'énergie d'activation est purement thermique, le nombre de porteurs de charge n est tel que :

$$(52) \quad n = N \exp(-\mathcal{E}/kT)$$

où N est le nombre total d'îlots, $\mathcal{E}$ l'énergie d'activation nécessaire à la séparation d'un électron d'un îlot, soit, d'après BASHARA [13], en ne tenant pas compte de l'effet tunnel :

$$(53) \quad \mathcal{E} = e^2/4\pi\epsilon r - 2(e^3 v/4\pi\epsilon d)^{1/2}$$

V étant le potentiel entre les îlots.

La conductibilité est alors :

$$(54) \quad \sigma = A N \exp \left\{ 1/kT \left[2(e^3 v/4\pi\epsilon d)^{1/2} - e^2/4\pi\epsilon r \right] \right\}$$

A étant un coefficient de proportionnalité.

BASHARA a montré que pour une tension appliquée suffisamment faible la conductibilité se comportait de la même façon que pour un champ nul, ce qui donne :

$$(55) \quad \sigma = A N \exp(-e^2/4\pi\epsilon r kT)$$

qu'il est possible d'écrire sous la forme :

$$(56) \quad \log R = c^{1/2} \cdot 1/T$$

propriété qui a été vérifiée pour les couches ultra-minces, l'équation (55) montre également que le coefficient de température de telles couches est négatif, c'est-à-dire que la conductibilité augmente avec la température.

L'état de surface est un paramètre très important pour les films ultra-minces et il est difficile d'admettre que les deux faces du dépôt soient planes et parallèles. NAMBA [15] a étudié le cas de surfaces non lisses et a obtenu des résultats expérimentaux en accord avec sa théorie.



4 - RESULTATS EXPERIMENTAUX.-

Avant toutes choses, il est nécessaire de connaître la valeur numérique du libre parcours moyen des électrons dans le platine, cette valeur intervenant dans pratiquement tous les calculs. A priori, la valeur de ℓ , pour un métal massif ayant le même taux d'imperfections que le film mince, ne peut être connue ; c'est pourquoi la valeur de ℓ utilisée concerne le métal massif pur.

4.1. - Valeur du libre parcours moyen des électrons dans le platine

Le libre parcours moyen ℓ est relié à la résistivité du métal massif par l'équation :

$$\ell_{ph} = \left(\frac{3}{8\pi} \right)^{1/3} \frac{h}{e^2} \frac{N^{-2/3}}{\rho_{ph}} = 1,27 \cdot 10^4 \cdot \frac{N^{-2/3}}{\rho_{ph}}$$

où N est le nombre d'électrons par unité de volume et où ρ_{ph} est exprimée en $\Omega \cdot \text{cm}$.

D'après KITTEL [16] (valence du platine 0,6, distance inter-atomique 3,92 Å, structure cubique à faces centrées).

$$N = 4 \cdot 10^{22} \text{ e/cm}^3$$

soit : $\ell_{ph} = 117 \text{ Å}$ à 0°C si $\rho_{ph} = 9,59 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ à 0°C, valeur donnée par WHITE [11] (pour le tracé des courbes il sera pris $\ell_{ph} \approx 120 \text{ Å}$).

Pour le métal massif, le produit $\rho \ell$ est une constante indépendante de la température ainsi que de la nature et de la densité des imperfections, tout au moins tant que celle-ci n'est pas trop forte. Pour le platine on prendra :

$$\rho_{ph} \ell_{ph} = 1120 \mu \Omega \cdot \text{cm Å}$$

ce qui permet de calculer le libre parcours moyen des électrons dans le platine et d'en déduire les courbes de la résistivité d'un film mince en fonction de la température, ceci en admettant que la résistivité due aux impuretés ρ_i est nulle.

4.2. - Épaisseur calculée et épaisseur mesurée

Pour déterminer théoriquement l'épaisseur d'un film il est nécessaire de déterminer le produit $R\alpha$ qui le caractérise.

4.2.1. - Détermination de $R\alpha = dR/dT$

La détermination du produit $R\alpha$, qui est la pente de la courbe $R = f(T)$, s'obtient à partir de deux séries de mesures ; la première est effectuée vers la température ambiante dans un bain thermostatique, elle permet d'avoir le coefficient $R\alpha$ à environ 1 % près, l'autre série se fait dans une étuve entre -100°C et +100°C. Elle donne moins de précision sur $R\alpha$ étant donné que la température est moins bien connue que dans le cas précédent (à 1°C près au lieu de 0,1°C), mais elle permet de vérifier la constance de $R\alpha$ dans le domaine de température considéré ; elle contrôle, en outre, que les couches ne présentent pas d'hystérésis et qu'elles supportent des écarts de températures importants sans que leurs propriétés électriques soient modifiées lors du retour à l'ambiante.

Après cet essai en étuve, le film est repassé au bain thermostatique pour vérifier la valeur de $R\alpha$; dans l'ensemble, il n'a pas été observé de variations du produit

dans la suite des calculs.

Chacun des termes du produit $R\alpha$ peuvent être déduits des mesures au bain thermostatique, en particulier, il est possible de calculer R_0 et α_0 valeurs de ces termes à 0°C .

Le coefficient de température est toujours positif sauf dans le cas d'un film ultra-mince (temps de dépôt de 1 s.) pour lequel il est négatif ; ce coefficient négatif n'est d'ailleurs pas constant dans le domaine de température -100 $+100^\circ\text{C}$, ceci sera vu ultérieurement.

Les figures 19 , 20 , 21 , 22 représentent les variations de la résistance fonction de la température lors des deux séries de mesures pour deux films ; l'un ultra-mince et l'autre d'épaisseur moyenne : environ $200 \text{ \AA}$; ces films sont numérotés respectivement 16 et 18.

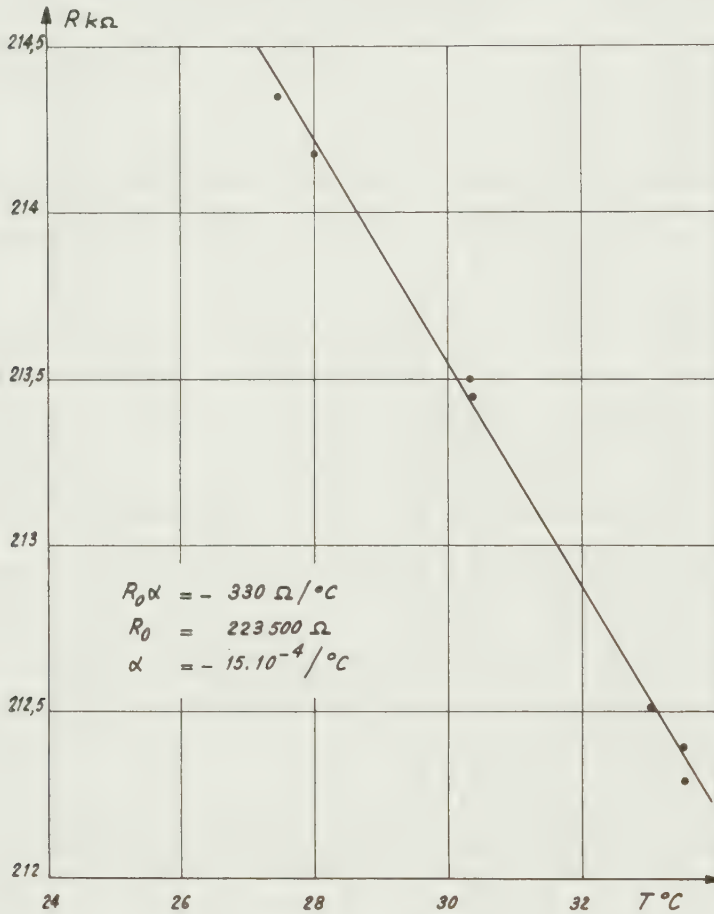


Fig. 19 - n° 16, détermination de $R_0\alpha$

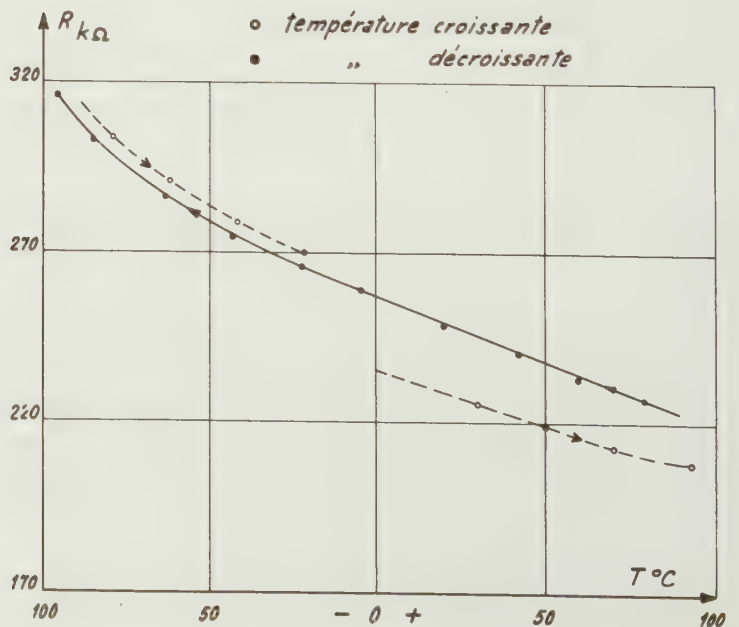


Fig. 20 - n° 16, essais en température

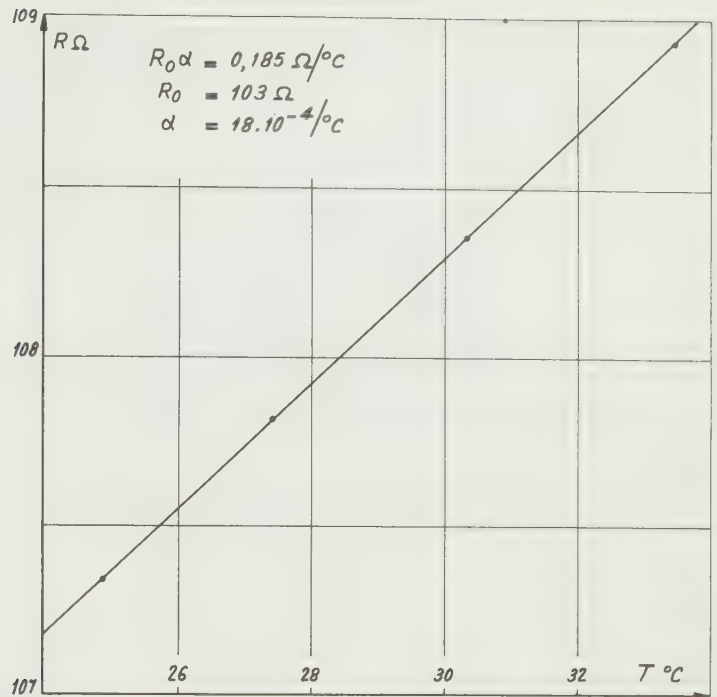


Fig. 21 - n° 18, détermination de $R_0 \alpha$

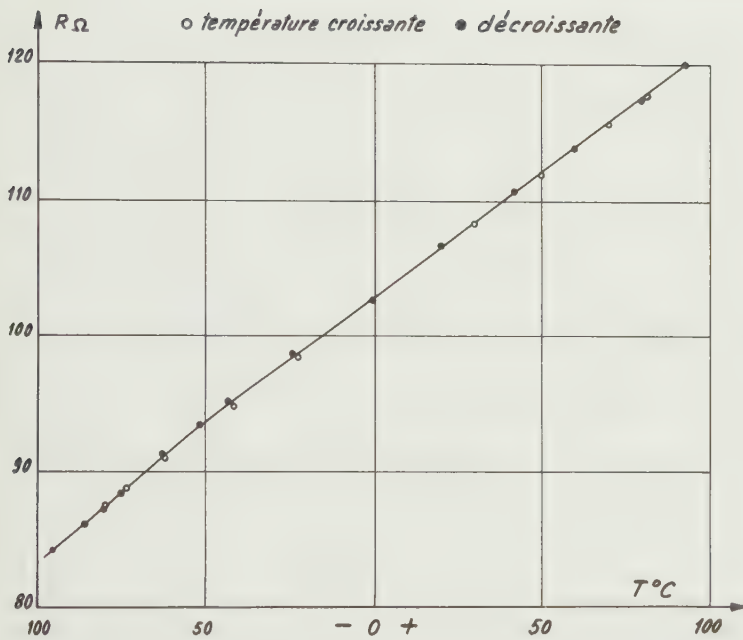


Fig. 22 - n° 18, essais en température

4.2.2. - Calcul de l'épaisseur

Il a été vu précédemment que l'épaisseur pouvait s'écrire :

$$d = \frac{a}{b} \frac{\alpha_{ph} \rho_{ph}}{R\alpha}$$

avec $\alpha_{ph} \rho_{ph} = 38,8.10^{-9} \Omega.cm/^{\circ}C$ l'épaisseur devient :

$$d = \frac{a}{b} \cdot 3,88 \cdot \frac{1}{R\alpha}$$

expression dans laquelle d est exprimée en Å et $R\alpha$ en $\Omega/^{\circ}C$.

La géométrie du film s'obtient à partir d'un masque ; les dimensions des dépôts devraient donc être identiques. En fait, des mesures au projecteur de profil ont mis en évidence des variations importantes.

C'est pourquoi il a été nécessaire de mesurer chaque film séparément pour pouvoir

calculer d ; les résultats obtenus sont représentés figure 23, la courbe montre l'épaisseur obtenue en fonction du temps de dépôt ; une certaine dispersion des points est visible, qui peut s'expliquer en partie par des variations des paramètres de pulvérisation (en particulier la pression varie légèrement lors du dépôt). De plus, il existe une incertitude sur le temps d'exposition, il est possible de l'évaluer à 1 s.

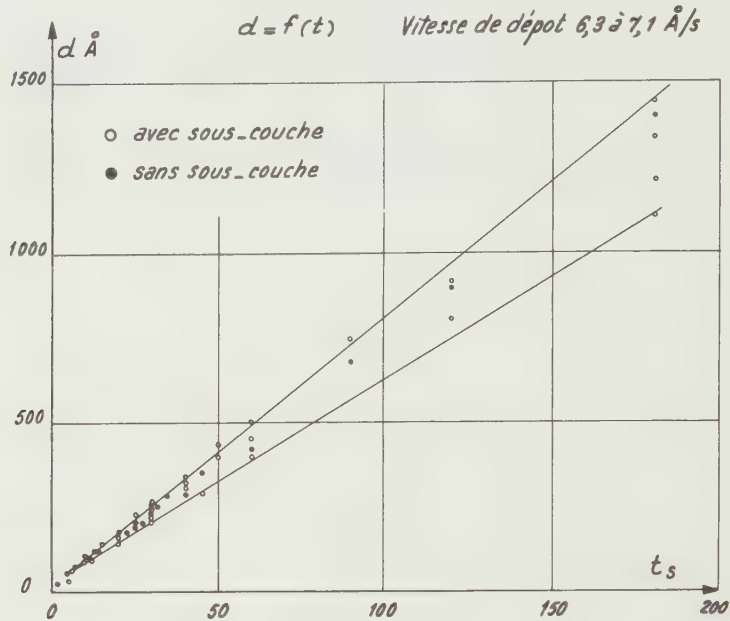


Fig. 23 - Variation de l'épaisseur avec le temps de dépôt

Deux vitesses limites de dépôt peuvent être déterminées à partir de cette courbe ; 6,3 et 7,1 Å/s soit une vitesse moyenne de 6,7 Å/s avec une dispersion de 6 %.

Ce résultat est valable aussi bien pour les dépôts sans sous-couche que pour ceux possédant une sous-couche de chrome. La très faible épaisseur de celle-ci la rendant électriquement inactive, sa présence n'affecte pas le calcul de l'épaisseur (cf. 2.2.3.).

Le calcul de l'épaisseur est effectué à partir d'une relation approchée et de valeurs expérimentales, d'où une incertitude sur le calcul.

Si la relation (35) est supposée exacte, ce qui est vrai à quelques ‰ près dès que $d \geq l$, l'incertitude sur d vaut :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta b}{b} + \frac{\Delta \alpha_{ph} \rho_{ph}}{\alpha_{ph} \rho_{ph}} + \frac{\Delta R \alpha}{R \alpha}$$

L'incertitude absolue sur les dimensions du film est de 0,02 mm, sans compter les irrégularités de forme ; a est de l'ordre de 5 mm et b de l'ordre de 0,6 mm. L'incertitude sur le produit $R \alpha$ a été évaluée à 3 % (dispersion des valeurs mesurées), il est possible d'admettre que l'erreur sur le produit $\alpha \rho$ est du même ordre, ce qui entraîne :

$$\frac{\Delta d}{d} \simeq 10 \%$$

Pour les épaisseurs inférieures au libre parcours moyen, d est calculée à partir de la relation (35) puis corrigée en fonction de la valeur de G_0 correspondante. Les points représentant les faibles épaisseurs ne sont pas pris en considération pour le tracé de la courbe (23) car l'erreur sur l'épaisseur est supérieure à 10 %.

Finalement, la dispersion des points sur la courbe n'est pas en désaccord avec l'incertitude sur l'épaisseur et on peut admettre que les épaisseurs calculées sont exactes à mieux que 10 % près ; ceci sera vérifié par une mesure directe de l'épaisseur.

4.2.3. - Mesure de l'épaisseur

Les mesures d'épaisseur ont été effectuées à l'aide du "TALYSTEP". Cet appareil permet de mesurer l'épaisseur de dépôt en déplaçant un stylet qui suit le profil du film et du substrat. Le mouvement vertical du stylet est amplifié électriquement et un enre-

gistement du profil du film est obtenu ; la résolution de l'ensemble est de l'ordre de 5 Å moyennant des précautions extrêmes, figure 24.

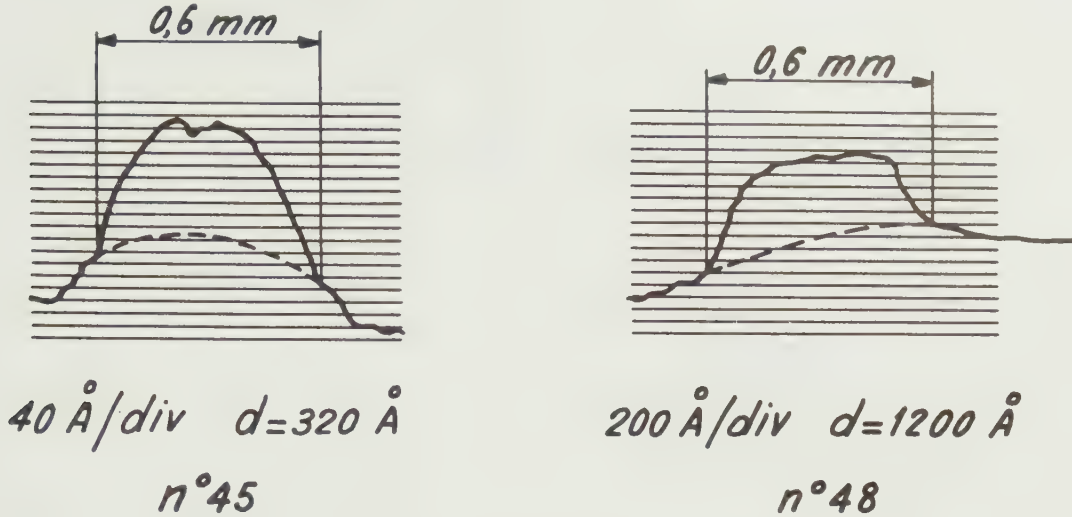


Fig. 24 - Mesures d'épaisseur

Le stylet ayant un point fixe, la forme plane du support est représentée par un arrondi, surtout très accentué pour les fortes sensibilités.

Sur les deux résultats de la figure 24, il est possible de voir les irrégularités du substrat et celles du film ; les mesures d'épaisseur peuvent difficilement être faites à mieux de 10 % près.

Il est intéressant de remarquer, sur le graphe de l'échantillon n° 48, que les deux bords de la couche ne sont pas symétriques ; cela provient d'une application du masque meilleure d'un côté que de l'autre.

Les résultats obtenus correspondent, à 10 % près, avec les valeurs calculées de l'épaisseur.

4.3. - Résistivité et coefficient de température

4.3.1. - Résistivité

Lorsqu'il est possible d'admettre $G = 1$, la résistivité peut s'écrire :

$$\rho_0 = \frac{d\rho_{ph}}{dT} \cdot \frac{1}{\alpha_0}$$

soit :

$$\rho_0 = \frac{1}{\alpha_0} 38,8 \cdot 10^{-4}$$

où α_0 est exprimé en $^{\circ}\text{C}^{-1}$ et ρ_0 en $\mu \Omega \cdot \text{cm}$.

Cette relation permet de calculer ρ_0 pour $d \geq \ell$. Pour les épaisseurs inférieures, on utilise la relation faisant intervenir G_0 ($p = 0, x$)

$$\rho_0 = \frac{1}{\alpha_0} G_0 \cdot 38,8 \cdot 10^{-4}$$

où $G_0 = G(p = 0, x)$, x correspondant à l'épaisseur corrigée.

La résistance à 0°C et le coefficient de température sont obtenus à partir de R_d et de la résistance R_T à la température T (environ 30°C). R_T est connue à $0,02 \Omega$ près et T à $0,1^{\circ}\text{C}$ près.

Pour calculer R_0 on écrit :

$$R_0 = R_T - (R\alpha) \cdot \Delta T$$

l'incertitude absolue sur R_0 est donc égale à ΔR_0 , telle que :

$$\Delta R_0 = \Delta R_T + \Delta [R\alpha \cdot T]$$

avec :

$$\Delta R\alpha \cdot T = R\alpha \cdot T \left[\frac{\Delta R\alpha}{R\alpha} + \frac{\Delta T}{T} \right]$$

soit :

$$\Delta R\alpha \cdot T \simeq R\alpha \cdot T \cdot 0,03$$

$R\alpha$ est, en moyenne, de l'ordre de $0,2 \Omega/^\circ\text{C}$; l'incertitude sur une résistance dont la valeur moyenne est 100Ω vaut :

$$\Delta R_0 \simeq 0,02 + 0,18 = 0,2 \Omega$$

ce qui conduit à une incertitude relative assez faible (2 ‰).

L'incertitude sur le coefficient de température est :

$$\frac{\Delta \alpha}{\alpha} = \frac{\Delta (R\alpha)}{R\alpha} + \frac{\Delta R}{R}$$

soit une incertitude à peine supérieure à 3 ‰ .

Par contre, l'incertitude sur la résistivité faisant intervenir les données expérimentales de WHITE s'écrit :

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta \alpha_{ph} \rho_{ph}}{\alpha_{ph} \rho_{ph}} + \frac{\Delta \alpha}{\alpha}$$

soit : $\frac{\Delta \rho}{\rho} \simeq 6 \text{ ‰}$

L'incertitude sur la résistivité est donc d'environ 6 ‰ .

La figure 25 montre les points représentant la résistivité en fonction de l'épaisseur. Il est remarquable que les points correspondant aux dépôts avec et sans sous-couche ne sont pas nettement séparés, ce qui confirme l'inactivité électrique de la sous-couche de chrome ; par contre, elle peut intervenir sur le coefficient ρ , car elle peut modifier les conditions aux limites du côté substrat.

Les points se groupent dans une certaine zone avec malgré tout une dispersion, ce fait s'explique par l'addition de deux phénomènes :

- l'existence du coefficient ρ ; pour une même épaisseur, la résistivité varie largement avec ρ ;
- l'existence de différentes conditions de dépôt qui entraîne une dispersion des caractéristiques des films.

Sur cette figure, il a également été tracé les courbes $\rho = f(d)$ pour $p=0$, $\ell = 120 \text{ \AA}$ et ρ_∞ ayant les valeurs calculées ultérieurement pour les différents types de dépôts, soit différentes températures d'arrêt de pompage. Une grande partie des points se trouve au-dessus de ces courbes, ce qui semble indiquer qu'au moins une des valeurs, utilisée pour le tracé, est fautive.

Il a été pris $p=0$ de façon à avoir la résistivité maximale pour une épaisseur donnée ; les valeurs de ρ_∞ ont été déduites des caractéristiques des "couches épaisses" ; seul le libre parcours moyen des électrons a été obtenu à partir de propriété du métal massif et grâce à un calcul approché faisant intervenir une valence du platine.

Il semble que la valeur de ℓ , utilisée jusqu'à présent, ne soit pas la valeur convenable. D'après la position des points par rapport aux courbes, il apparaît que le libre parcours moyen doit être supérieur à $117 \text{ \AA}$, résultat qui se confirmera par la suite.

Une autre courbe $\rho = f(d)$ a été tracée pour $p=0$, $\ell = 150 \text{ \AA}$, $\rho_\infty = 16,7 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ (valeur correspondante aux dépôts pour lesquels la température d'arrêt de pompage est 300°C) ; en considérant les domaines d'incertitudes : 10 ‰ sur l'épaisseur et environ 6 ‰ sur la résistivité, pratiquement tous les points possèdent une partie de leur domaine située sous cette courbe. Il subsiste quelques points aberrants certainement dus à des conditions différentes de dépôt (taux d'impuretés plus élevé entraînant une résistivité résiduelle plus importante).

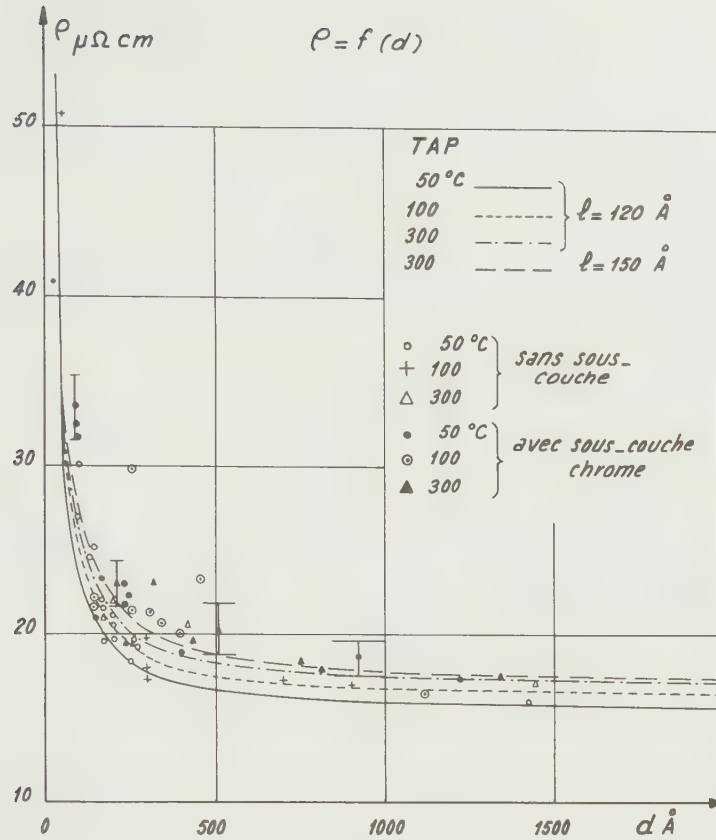


Fig. 25 - Résistivité fonction de l'épaisseur calculée

Quant aux points représentatifs des faibles épaisseurs, il arrive fréquemment qu'ils soient au-dessus de la courbe, ceci est dû en grande part à la difficulté d'avoir les mêmes conditions de dépôt pour des temps d'exposition courts, de plus, l'épaisseur calculée diffère de plus de 10 % de l'épaisseur réelle.

4.3.2. - Coefficient de température

Il est possible de tracer également les courbes $\alpha = f(d)$ pour $p=0$, $\ell = 120 \text{ Å}$ et $\ell = 150 \text{ Å}$; les résultats obtenus sont semblables aux précédents, ce qui est dû à la façon même dont est calculée la résistivité à partir du coefficient de température, figure 26.

Les points aberrants représentent les mêmes dépôts, seulement ici ils se trouvent sous la courbe $\alpha = f(d)$ tracée pour $p=0$, $\ell = 150 \text{ Å}$ et $\alpha_{\infty} = 23,3 \cdot 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$.

Le tracé de $\alpha d = f(d)$, figure 27, permet de déterminer le coefficient de température correspondant aux couches épaisses et le libre parcours moyen des électrons.

Le coefficient de température est donné par la pente de la droite $\alpha d = f(d)$, on obtient :

- $\alpha_{\infty} = 25,5 \cdot 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ pour un arrêt du pompage à 50°C ,
- $\alpha_{\infty} = 24,2 \cdot 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ pour un arrêt du pompage à 100°C ,
- $\alpha_{\infty} = 23,3 \cdot 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ pour un arrêt du pompage à 300°C .

Si tous les paramètres p ont la même valeur, l'erreur sur α_{∞} est la même que sur les valeurs du coefficient de température, soit 3 %. Par contre, si tous les points de forte épaisseur ne correspondent pas à la même valeur de p , l'erreur sur α_{∞} est supérieure à 3 % et difficilement estimable. Les points représentatifs des dépôts épais sur la figure 27 sont alignés, ce qui laisse supposer qu'ils possèdent le même coefficient de réflexion, c'est pourquoi les valeurs de α_{∞} seront utilisées dans la suite des calculs.

A partir de la valeur de α_{∞} , il est possible de déduire celle de ρ_{∞} correspondante, grâce à la relation :

$$\alpha_{\infty} \rho_{\infty} = \alpha_{ph} \rho_{ph} = 388 \cdot 10^{-4} \mu \Omega \cdot \text{cm}/^{\circ}\text{C}$$

soit :

$\rho_{\infty} = 15,2 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $50^{\circ}C$,

$\rho_{\infty} = 16 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $100^{\circ}C$,

$\rho_{\infty} = 16,7 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $300^{\circ}C$,

or : $\rho_{ph} = 9,59 \mu \Omega.cm$.

Ceci permet de déduire la résistivité due aux impuretés dans les différents cas :

$\rho_i = 5,6 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $50^{\circ}C$,

$\rho_i = 6,4 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $100^{\circ}C$

$\rho_i = 7,1 \mu \Omega.cm$ pour un arrêt du pompage à $300^{\circ}C$.

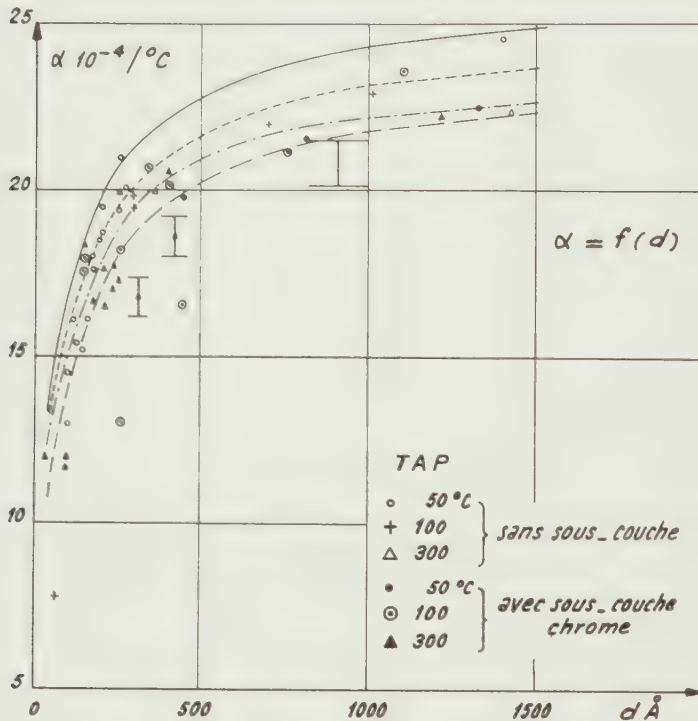


Fig. 26 - Résultats expérimentaux ; coefficient de température fonction de l'épaisseur calculée

TAP
 $50^{\circ}C$ ——— } $e = 120 \text{ Å}$
 100 - - - - - }
 300 - - - - - } $e = 150 \text{ Å}$
 300 - - - - - }

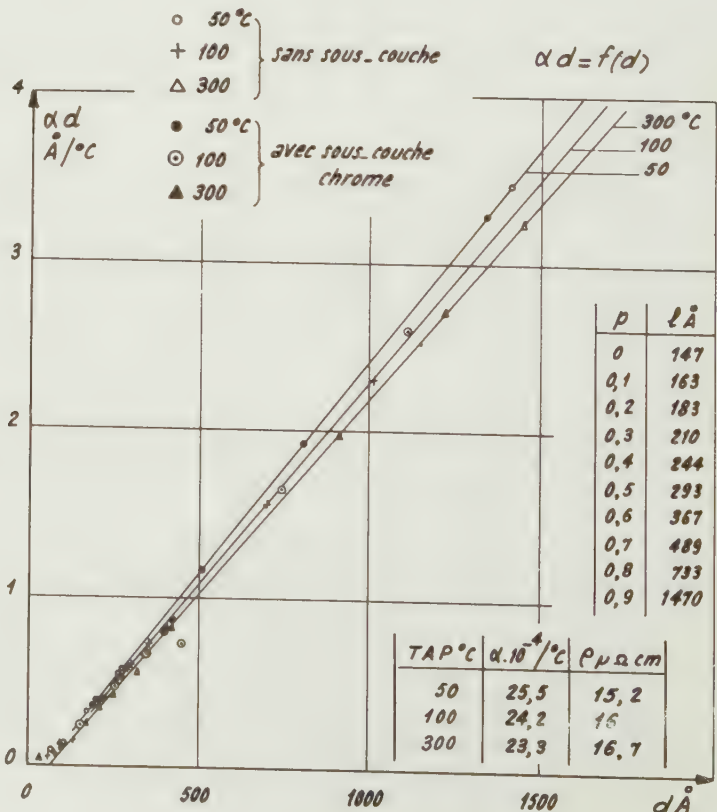


Fig. 27 - Courbe représentant le produit αd en fonction de l'épaisseur d

De ces résultats, il est possible de conclure que les dépôts contenant le moins d'impuretés (essentiellement de l'argon occlus) sont ceux pour lesquels le pompage a été arrêté lorsque le substrat a atteint 50°C.

Les différentes droites $\alpha d = f(d)$, pour les trois températures d'arrêt du pompage, se recoupent à la même abscisse $d = 55 \text{ \AA}$ ce qui donne une valeur de ℓ pour chaque valeur de p . Par la suite, la valeur de ℓ correspondante à $p=0$ sera utilisée, soit $\ell \approx 150 \text{ \AA}$.

Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle calculée à partir des données de KITTEL, mais elle lui est, malgré tout, supérieure. De plus, elle correspond assez bien aux résultats expérimentaux trouvés pour p et α .

4.4. - Détermination de p

Pour déterminer la valeur du coefficient p , une mesure du produit $R\alpha$ a été effectuée à très basse température. Le film est plongé dans de l'azote liquide ; par pompage sur le cryostat, la pression de vapeur saturante est modifiée, ce qui permet de faire varier la température, cette dernière est mesurée par la valeur de la pression de la vapeur saturante.

Une nouvelle valeur de $R\alpha$ est ainsi obtenue et sa variation, relative par rapport à l'ambiante doit permettre de déterminer p , figure 28.

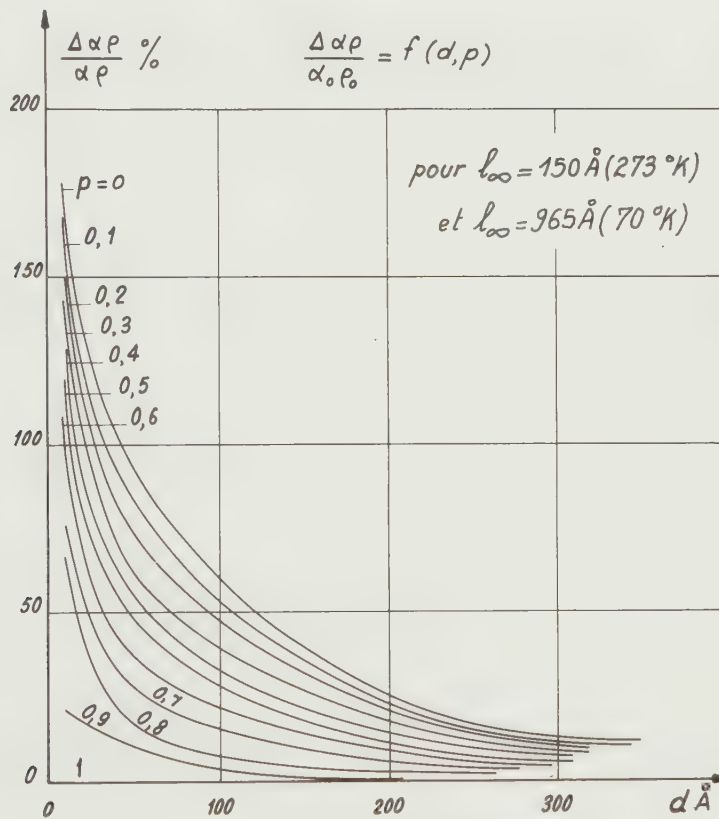


Fig. 28 - Variation relative de αp suivant d et p lorsque $\ell_{\infty} = 150 \text{ \AA}$

Cette méthode ne donne des résultats que pour des films d'épaisseur inférieure à 300 Å, pour les épaisseurs supérieures il serait nécessaire d'opérer à une température inférieure pour augmenter suffisamment le libre parcours moyen. Pour l'utilisation des dépôts en fluxmètres thermiques, la résistance adaptée à la chaîne de mesure est de l'ordre de 100 Ω, ce qui correspond à environ 200 Å d'épaisseur (pour les dimensions utilisées), la détermination de p est donc intéressante pour les dépôts de cette épaisseur.

A l'ambiante, le produit $R\alpha$ est de l'ordre de 0,2 Ω/°C avec une incertitude de 3 %. Dans l'azote liquide il semble que l'incertitude soit moindre (meilleure reproductibilité d'un essai à l'autre), elle est évaluée à 1 %.

Le calcul de l'incertitude sur la variation relative de $R\alpha$ nécessite un exemple moyen.

Prenons une variation relative de 20 % pour laquelle le produit $R\alpha$ passe de 0,2 à 0,24 $\Omega/^\circ\text{C}$.

Posons :

$$n = \frac{\Delta p\alpha}{p_1 \alpha_1} = \frac{R_2 \alpha_2 - R_1 \alpha_1}{R_1 \alpha_1}$$

avec : $R_2 \alpha_2 = 0,24 \Omega/^\circ\text{C}$ $R_1 \alpha_1 = 0,2 \Omega/^\circ\text{C}$

$$\frac{dn}{n} = - \frac{dR_1 \alpha_1}{R_1 \alpha_1} + \frac{dR_2 \alpha_2}{R_2 \alpha_2 - R_1 \alpha_1} - \frac{dR_1 \alpha_1}{R_2 \alpha_2 - R_1 \alpha_1}$$

soit :

$$\frac{\Delta n}{n} = \left[\Delta R_1 \alpha_1 \cdot \frac{R_2 \alpha_2}{R_1 \alpha_1} + \Delta R_2 \alpha_2 \right] \cdot \frac{1}{R_2 \alpha_2 - R_1 \alpha_1}$$

$$\frac{\Delta n}{n} \approx 24 \%$$

incertitude qui peut faire varier la valeur du coefficient p de plus ou moins 0,2, figure 28.

Pour les épaisseurs plus faibles, l'incertitude diminue rapidement. Le calcul d'erreur a été fait en considérant que l'incertitude sur $R_1 \alpha_1$ est de 3 %, alors que fréquemment la valeur obtenue est reproductible au pour-cent près ; dans ce dernier cas, dans les mêmes conditions, le coefficient p peut varier de $\pm 0,1$.

En fait, c'est essentiellement l'ordre de grandeur de p qui est recherché, c'est pourquoi les valeurs de p trouvées seront admises comme valables.

Les résultats $p = f(d)$ se trouvent réunis figure 29. Le coefficient p est proche de l'unité pour les dépôts minces et tend vers zéro lorsque l'épaisseur atteint deux fois le libre parcours moyen des électrons. Ce résultat permet de déterminer, a priori, le genre de structure des dépôts ; les films épais ont une structure de micro-cristaux, ce qui provoque une réflexion purement diffuse des électrons, par analogie avec une surface dépolie.

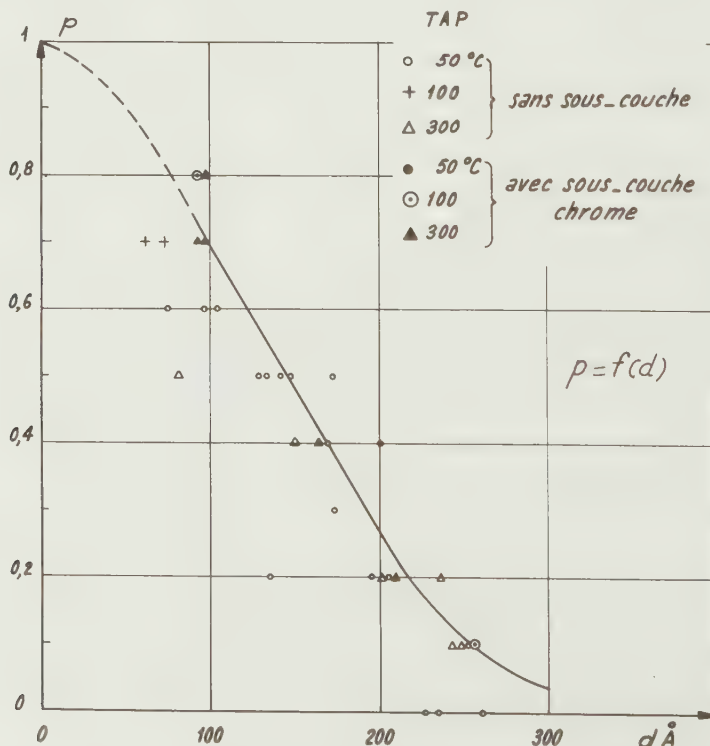


Fig. 29 - Paramètre p en fonction de l'épaisseur

Pour les couches très minces (de 20 à 100 Å environ), pour lesquelles la structure est à peine continue, il a été observé une diminution du produit $R\alpha$ à 70°K ; ce phénomène n'est pas explicable par la théorie qui a permis de déterminer ρ ; par contre, il est possible de l'expliquer par la structure même du dépôt.

Pour ces films, la structure est globulaire, il est donc normal que les valeurs de la résistivité ρ_{∞} et du coefficient de température α_{∞} , qu'auraient une couche épaisse présentant la même structure, soient différentes de celles correspondant à une structure cristallisée.

De plus, pour une telle structure globulaire, la loi $\rho \ell = c^{ste}$ ne doit plus être valable, ce qui peut expliquer la diminution du produit $R\alpha$.

4.5. - Cas des couches ultra-minces

Pour le dépôt ultra-mince possédant un coefficient de température négatif, il a été possible de vérifier qu'il suivait approximativement la loi :

$$\log R = c^{ste} \times \frac{1}{R}$$

ceci dans le domaine de température +100 -100°C, figure 30. Une mesure de la résistance fonction de la température a été effectuée également dans l'azote liquide, figure 31.

Le but de cette étude n'étant pas d'étudier les couches ultra-minces, ces essais ont été faits de façon à vérifier l'existence d'un coefficient de température négatif et à avoir une idée du comportement en température d'un tel dépôt.

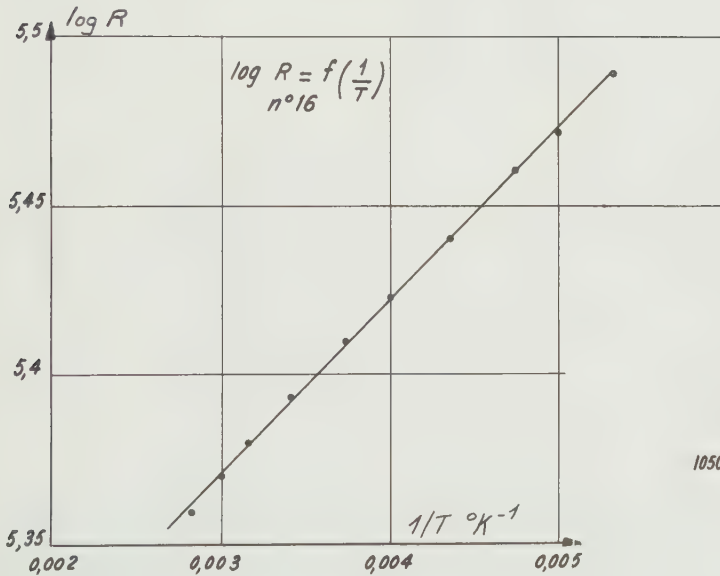


Fig. 30 - Cas d'une couche ultra-mince ; résistance fonction de la température

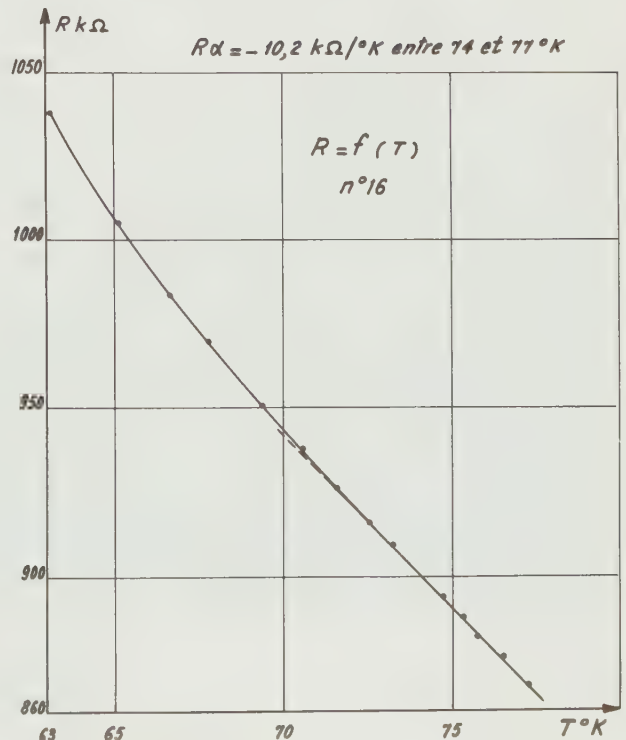


Fig. 31 - Essais de la couche ultra-mince dans l'azote liquide ; résistance fonction de la température

Dans les conditions d'obtention du film, on n'obtient pas un dépôt stable à la température ambiante, mais il semble être plus stable à basse température tout en conservant une pente négative pour la courbe $R = f(T)$.

4.6. - Adhérence

L'adhérence du film sur son substrat est une condition fondamentale de l'utilisation de ces dépôts comme fluxmètres thermiques dans les tubes à choc.

La mesure de cette adhérence peut se faire à l'aide d'un dispositif à frottement, en mesurant le temps nécessaire pour parvenir à une coupure du film. Nous avons préféré utiliser une méthode d'arrachement. Un fil est soudé sur une petite surface de dépôt (0,8 mm²) et l'adhérence est évaluée par la force de traction qu'il est nécessaire d'exercer pour arracher le film de son support de silice.

Cette force est variable, même pour des échantillons obtenus dans des conditions identiques ; cependant, de l'ensemble des mesures effectuées, il est possible de déduire que l'adhérence est plus grande avec une sous-couche que sans et pour des dépôts possédant un taux d'impuretés relativement important (pompage arrêté à 300°C) et ayant une structure cristalline régulière (ceci sera vu au paragraphe suivant).

Pour de tels dépôts, la force d'arrachement est de l'ordre de 300 g. L'adhérence de ces couches est donc de 0,37 kg f/mm² (soit une pression d'arrachement de 370 Pascals).

4.7. - Structure

L'examen des films au microscope électronique révèle différents types de structure suivant les conditions de dépôt.

Le microscope utilisé fonctionnant uniquement par transmission, l'observation nécessite l'emploi de la technique de l'empreinte.

Un vernis est déposé sur le film, puis arraché, après quoi il est placé sur une fine grille de cuivre. On dépose ensuite du carbone sur l'ensemble par évaporation sous vide. La dissolution du vernis permet l'obtention de l'empreinte en carbone du film à étudier.

Parfois, lors de l'enlèvement du vernis, le film se décolle de son support rendant ainsi possible son observation directe.

La figure 32a représente un dépôt de 2.800 Å obtenu à froid ; la figure de diffraction figure 32b, montre que sa structure est formée de micro-cristaux non orientés.

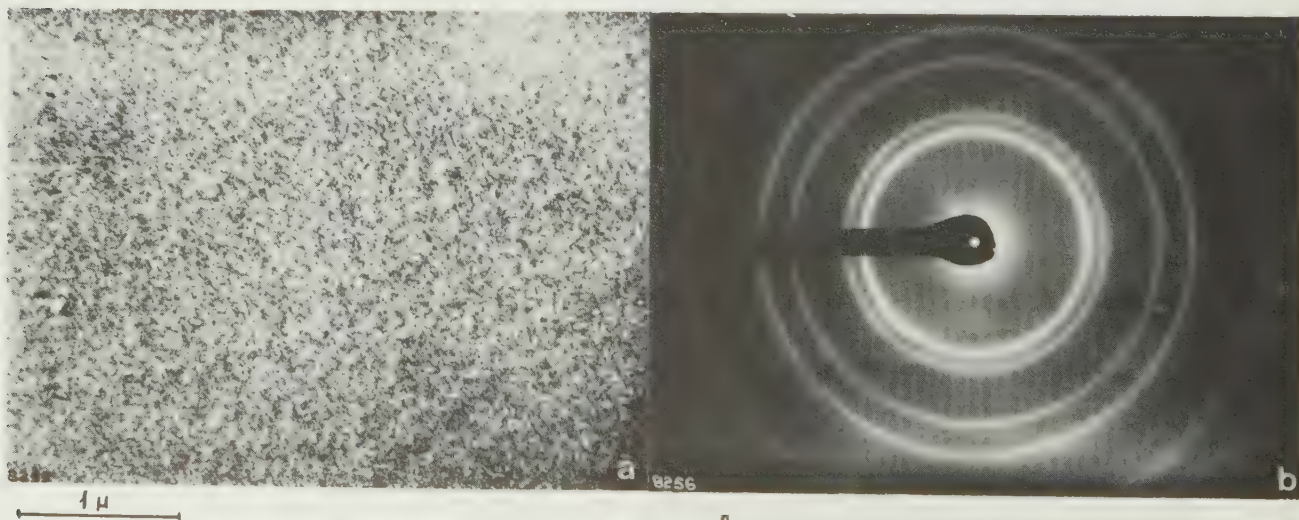


Fig. 32 - n° 10, d = 2 800 Å déposé à froid :

a) n° 10, x 27 000

b) n° 10 diffraction

La figure 33 représente un film de même épaisseur que celui de la figure 32, mais déposé à chaud et pour lequel la température d'arrêt de pompage a été de 50°C. Sur la figure 33a il est possible d'observer l'état de surface du substrat ~~sous~~ le dépôt ; on constate que le bombardement ionique crée un léger dépolissage de la silice. De plus, si on compare la dimension des cristaux en (a) et (b) (photos prises respectivement sur le bord et au centre du dépôt), on s'aperçoit qu'il y a inhomogénéité de structure entre le bord et le centre du film ; la dimension des cristaux varie de 0,05 à 0,2 μ m. L'intensité lumineuse des cercles de diffraction est moins constante que dans le cas précédent, ce qui prouve qu'il existe quelques cristaux orientés. Ces constatations, ajoutées au fait que dans ces conditions de dépôt le taux d'impuretés est moindre, sembleraient indiquer un début de réorganisation vers des gros cristaux ; il serait intéressant de pouvoir continuer de pomper pendant que la température du substrat diminue régulièrement jusqu'à 200°K ou moins.

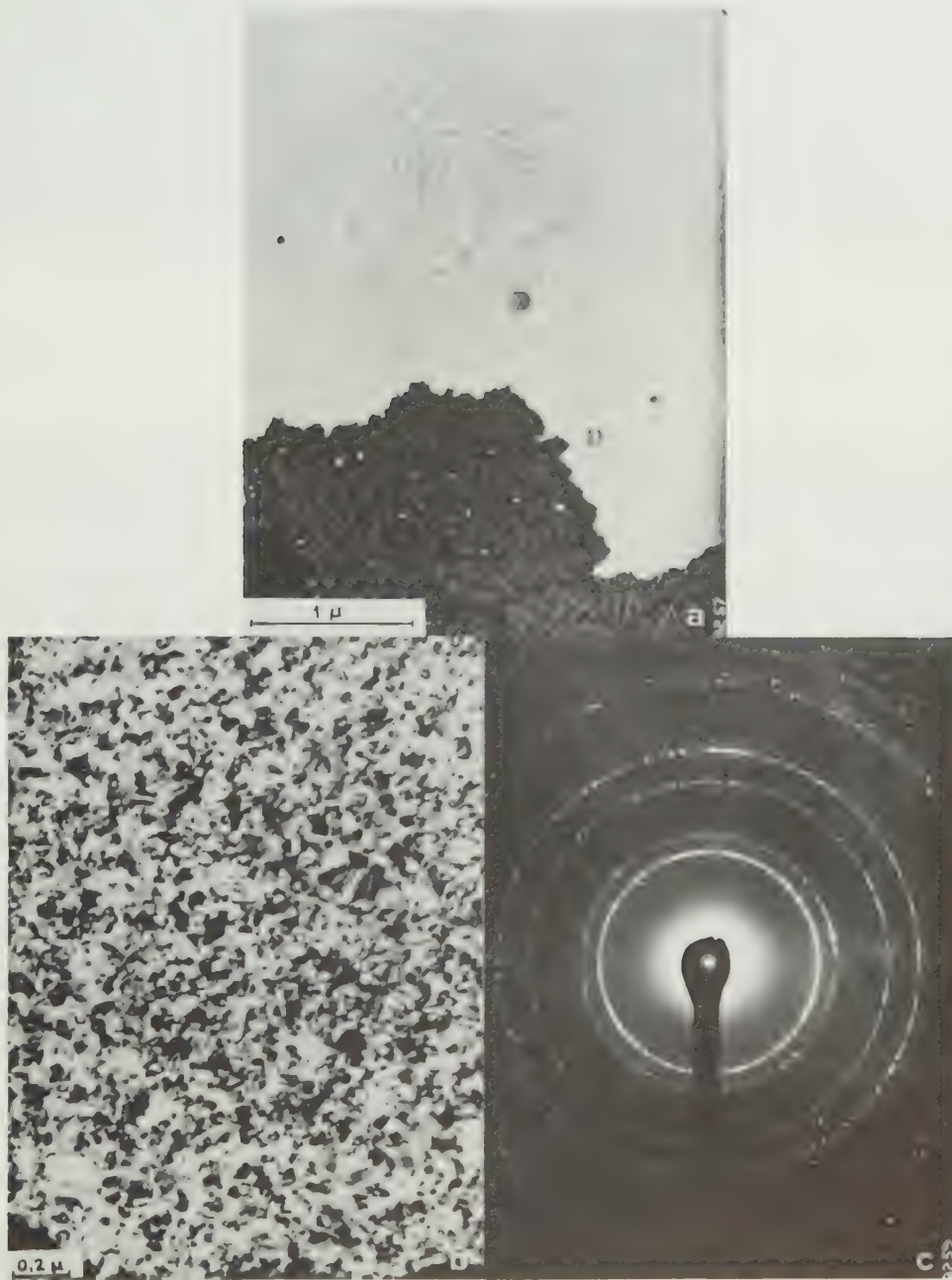


Fig. 33 - n° 24, $d = 2\ 800\ \text{\AA}$ arrêt pompage 50°C

- a) n° 24, x 27 000
- b) n° 24, x 46 500
- c) n° 24, diffraction

Le film représenté figure 34 a une épaisseur de $940 \text{ \AA}$, il a été également déposé à chaud avec arrêt du pompage à 100°C . Les micro-cristaux ont une dimension pratiquement constante de $0,1 \mu\text{m}$, l'image de diffraction est comparable à la précédente.

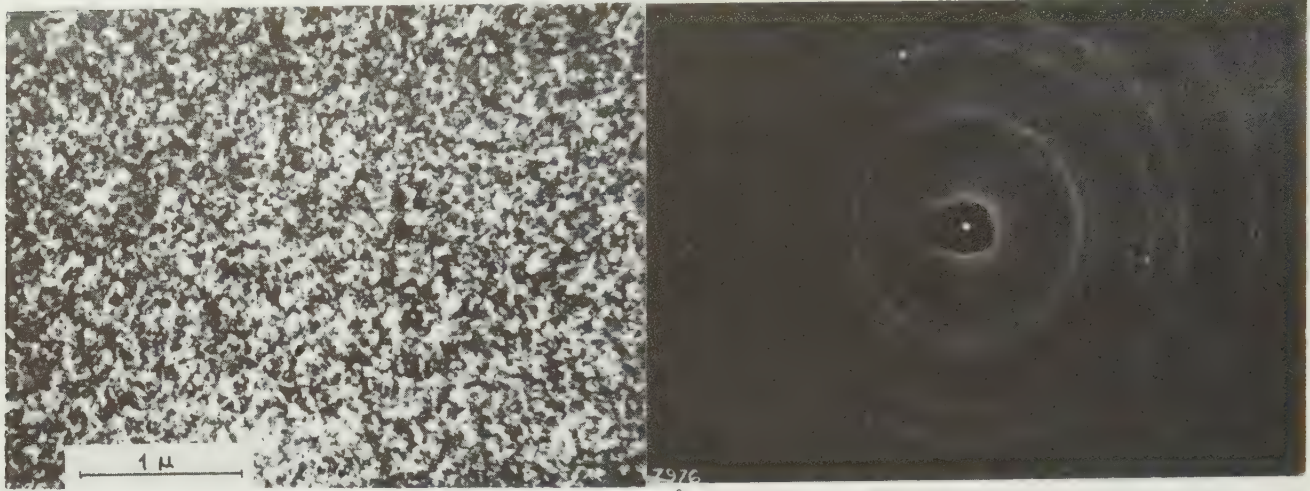


Fig. 34 - n° 15, $d = 940 \text{ \AA}$ arrêt pompage 100°C

- a) n° 15, $\times 27\ 000$
- b) n° 15, diffraction

Les photographies de la figure 35 montrent la structure d'un film de $150 \text{ \AA}$ pour lequel la température d'arrêt du pompage a été de 300°C . La structure est très homogène et les cristaux sont petits, de l'ordre de $0,02 \mu\text{m}$; ils sont aussi désorganisés que ceux des dépôts précédents.

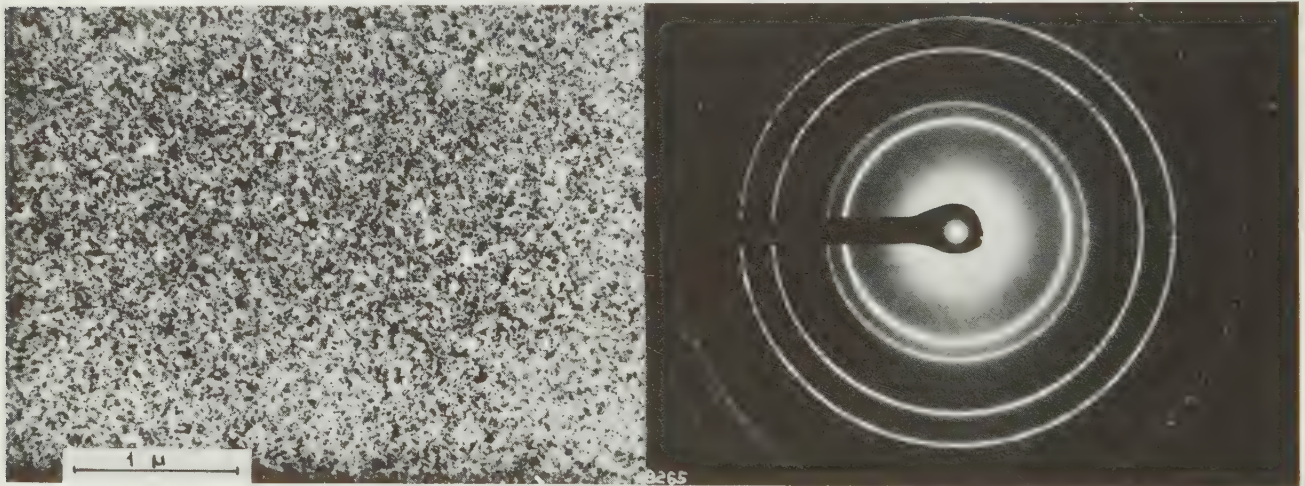


Fig. 35 - n° 44, $d = 150 \text{ \AA}$ arrêt pompage 300°C

- a) n° 44, $\times 27\ 000$
- b) n° 44, diffraction

La figure 36 représente la structure d'un dépôt de $130 \text{ \AA}$ ayant eu une température d'arrêt de pompage de 50°C ; dans ce cas, on n'a plus affaire à des cristaux mais plutôt à des "globules" pour lesquels il n'y a aucune orientation, ce qui est également le cas du film de la figure 37 obtenu dans les mêmes conditions mais ayant une épaisseur de $75 \text{ \AA}$.

On peut déduire de ces différents examens au microscope électronique que les conditions de dépôt influent sur la taille des cristaux obtenus, ceux-ci étant toujours non orientés. Les conclusions de ces observations sont les suivantes :

- la structure est globulaire pour des épaisseurs inférieures à $130 \text{ \AA}$;
- deux dépôts effectués dans des conditions apparemment identiques n'ont pas exactement la même structure ;
- les grains sont plus réguliers pour une température de 300°C à l'arrêt de la pompe ;

- pour une température de 50°C à l'arrêt de la pompe les cristaux sont plus irréguliers ;
il existe alors quelques gros cristaux qui semblent annoncer une réorganisation.

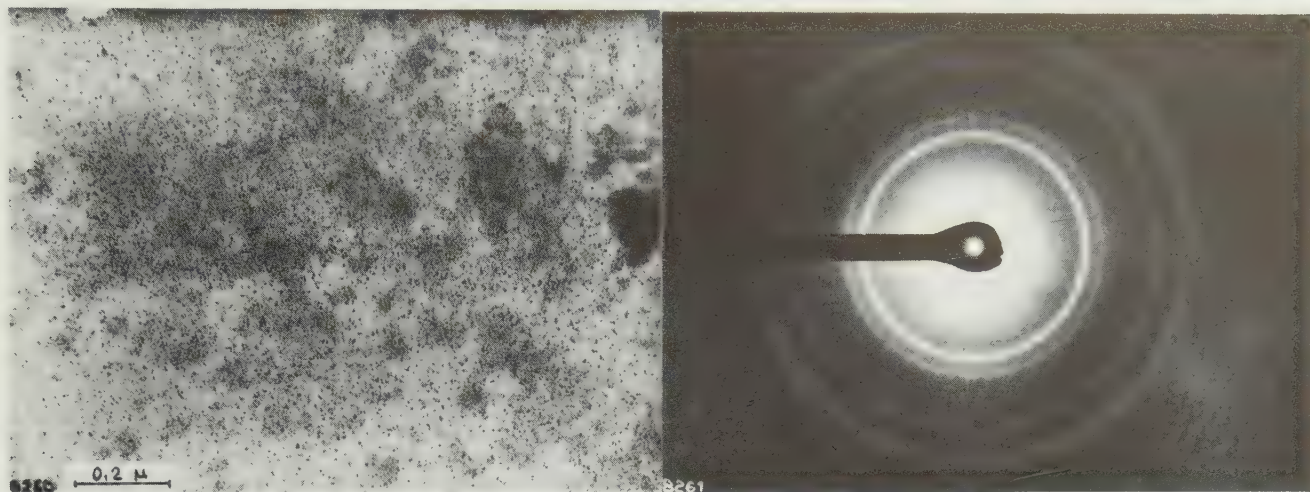


Fig. 36 - n° 28, $d = 130 \text{ \AA}$ arrêt pompage 50°C

- a) n° 28, x 77 000
- b) n° 28, diffraction

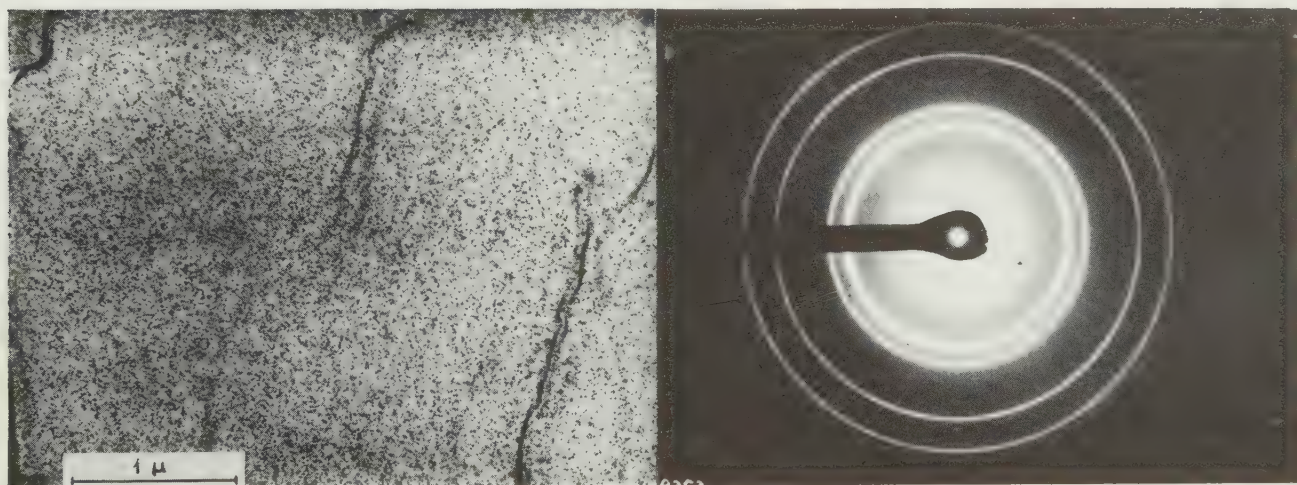


Fig. 37 - n° 29, $d = 75 \text{ \AA}$ arrêt pompage 50°C

- a) n° 29, x 27 000
- b) n° 29, diffraction

5 - LES FLUXMETRES THERMIQUES A TEMPERATURE DE SURFACE.

5.1. - Principe

Les fluxmètres à température de surface sont utilisés dans les écoulements de courte durée (quelques centaines de micro-secondes).

Le fluxmètre est décrit dans l'introduction, son principe repose sur la loi de diffusion de la chaleur dans un corps semi-infini.

Un isolant thermique absorbe le flux de chaleur qui diffuse à travers sa masse selon une normale à la surface atteinte. Dans l'hypothèse du corps semi-infini, le signal thermique n'atteint pas l'autre surface du fluxmètre, ceci impose au capteur une dimension minimale compte tenu du temps de l'écoulement.

La variation de température superficielle est donnée à partir du flux absorbé par la théorie de FOURIER, la propriété de l'élément calorimétrique intervenant dans les calculs s'exprime par $\lambda \mu c$ où λ , μ et c sont respectivement la conductibilité thermiques, la masse volumique et la chaleur massique de la silice.

La température superficielle est mesurée par la variation de résistance du film de platine.

5.2. - Théorie

Des calculs approfondis ont été effectués par VIDAL 17, seule la théorie simplifiée sera abordée ici. On considère une surface plane et des propriétés thermiques de la silice constantes.

Soit ξ la distance à la surface d'un point du fluxmètre, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$(1) \quad K \frac{\partial^2 T}{\partial \xi^2} = \frac{\partial T}{\partial t}$$

où T est la température, t le temps et $K = \frac{\lambda}{\mu c}$ la diffusivité thermique

si $t \leq 0 \quad T(\xi) = 0$

$$\text{pour } t > 0 \quad \left(\frac{\partial T}{\partial \xi} \right)_{\xi=0} = - \frac{q(t)}{\lambda} \quad (2)$$

$q(t)$ étant la densité de flux de chaleur arrivant sur la silice.

Cette expression devient, en utilisant les transformées de LAPLACE $\mathcal{L}(T) = u$ et $q(t) = Q(s)$

$$(3) \quad \frac{K s^2 u}{d \xi^2} = s u$$

soit :

$$(4) \quad u = A_1 e^{\xi \sqrt{\frac{s}{K}}} + A_2 e^{-\xi \sqrt{\frac{s}{K}}}$$

or :

$u(\xi) \rightarrow 0$
 $\xi \rightarrow \infty$ donc $A_1 = 0$ ceci découle du fait que le corps est semi-infini.

Compte tenu de ces conditions, il vient :

$$(5) \quad u = \frac{1}{\sqrt{\lambda \mu c}} \cdot \frac{Q(\delta)}{\sqrt{\delta}} e^{-\xi \sqrt{\frac{\delta}{\kappa}}}$$

soit pour $\xi = 0$

$$(6) \quad u = \frac{1}{\sqrt{\lambda \mu c}} \cdot \frac{Q(\delta)}{\sqrt{\delta}}$$

D'où il est possible de déduire la température superficielle en prenant comme origine des températures la température initiale

$$(7) \quad T_s = \frac{1}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} \int_0^t \frac{q(\tau)}{\sqrt{t-\tau}} d\tau$$

et réciproquement la densité de flux de chaleur fonction de la température superficielle :

$$(8) \quad q = \sqrt{\frac{\lambda \mu c}{\pi}} \int_0^t \frac{dT_s}{d\tau} \frac{d\tau}{\sqrt{t-\tau}}$$

Les mesures au tube à choc s'effectuent en disposant le capteur soit sur la surface du tube, soit sur une maquette dans l'écoulement.

L'écoulement le long du tube peut être laminaire ou turbulent.

La densité de flux de chaleur s'écrit :

$$(9) \quad q(t) = \frac{B(n)}{(At)^{1/2}}$$

avec $n = 2$ pour un écoulement laminaire,
 $n = 6$ pour un écoulement turbulent.

A est une constante de l'écoulement faisant intervenir la vitesse et la masse volumique.

Il est possible d'écrire :

$$q(t) = Dt^m \quad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} m = -1/2 & \text{laminaire} \\ m = -1/6 & \text{turbulent} \end{array}$$

l'intégrale (7) donne :

$$(10) \quad T_s = \frac{1}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} \int_0^t \frac{D\tau^m}{\sqrt{t-\tau}} d\tau$$

soit en faisant intervenir la fonction de BESSEL B

$$(11) \quad B(p, q) = \int_0^1 x^{p-1} (1-x)^{q-1} dx$$

et par le changement de variable $v = \tau/t$

$$(12) \quad T = \frac{1}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} D \int_0^1 t^{m+1/2} v^m (1-v)^{-1/2} dv$$

$$(13) \quad T = \frac{D}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} t^{m+1/2} B(m+1, 1/2)$$

or :

$$(14) \quad B(m+1, 1/2) = \frac{\Gamma(1/2) \Gamma(m+1)}{\Gamma(m+3/2)}$$

soit :

$$(15) \quad T = \frac{D}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} t^{m+1/2} \frac{\Gamma(1/2) \Gamma(m+1)}{\Gamma(m+3/2)}$$

- si $m = -1/2$ l'écoulement est laminaire et :

$$(16) \quad T = D \sqrt{\frac{\pi}{\lambda \mu c}}$$

soit un palier de température indépendant du temps.

- si $m = -1/6$ l'écoulement est turbulent :

$$(17) \quad T = \frac{D}{\sqrt{\lambda \mu c}} t^{1/3} \frac{\Gamma(5/6)}{\Gamma(4/3)}$$

- si $m = 0$ le flux est constant et égal à q :

$$(18) \quad T = \frac{2q}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} \cdot t^{1/2}$$

Cette relation en $\sqrt{t}$ est utilisée pour l'étalonnage des fluxmètres thermiques.

5.3. - Influence de la couche mince-temps de réponse

Si l'épaisseur de l'élément thermométrique n'est pas négligée, les calculs de VIDAL [17] donnent :

$$(19) \quad T(t) = \frac{1}{\sqrt{\pi \lambda_2 \mu_2 c_2}} \int_0^t \frac{q(z)}{\sqrt{t-z}} dz - \frac{2}{\sqrt{\pi \lambda_1 \mu_1 c_1}} \sum_{n=1}^{\infty} \zeta^n \int_0^t \frac{q(z)}{\sqrt{t-z}} \left[1 - e^{-\frac{n^2 d^2}{K_1(t-z)}} \right] dz$$

où :

$$\zeta = \sqrt{\frac{\lambda_1 \mu_1 c_1}{\lambda_2 \mu_2 c_2}} - 1 \left/ \left(\sqrt{\frac{\lambda_1 \mu_1 c_1}{\lambda_2 \mu_2 c_2}} + 1 \right) \right.$$

les indices 1 se rapportant au film d'épaisseur d et les indices 2 au support de silice.

Pour un film de 0,1 μm d'épaisseur, la solution du premier ordre est à moins de 2 % de la solution exacte après une micro-seconde. Ceci est donc valable pour un élément thermométrique en peinture ; pour un film mince, obtenu par pulvérisation, dont l'épaisseur est de 0,02 μm , il est possible de ne considérer que la solution sans terme correctif.

La mesure de la température superficielle se fait avec un retard dû à la présence de la couche mince.

Il est possible de définir le temps de réponse du capteur de plusieurs manières ; suivant les cas, flux constant, température constante, chaque définition donnant une valeur numérique différente.

L'erreur relative η sur une mesure φ s'exprime par :

$$\eta = \frac{\varphi_{\text{vraie}} - \varphi_{\text{calculée}}}{\varphi_{\text{vraie}}}$$

par définition le temps de réponse du fluxmètre sera le temps au bout duquel cette erreur relative est ramenée à une constante : 1% ou 5 %.

L'examen théorique [18] met en évidence un temps caractéristique du capteur :

$$t_c = \frac{\mu_1^2 c_1^2 d^2}{\lambda_2 \mu_2 c_2}$$

Pour un fluxmètre en silice amorphe dont l'élément thermométrique est une couche mince d'épaisseur 0,02 μm ce temps vaut :

$$t_c = 1,3 \text{ ns}$$

d'où le temps de réponse ; pour un essai à température constante, une réponse à 5 % près s'obtient pour un temps d'environ 0,2 μs ; pour avoir une réponse à 1 % près il faut attendre 4,2 μs .

Pour un essai à flux constant on a respectivement à 5 % et à 10% près, un temps de réponse de 0,4 μs et 10,2 μs .

Les tirs au tube à choc ont une durée de quelques centaines de micro-secondes, les capteurs utilisés conviennent donc à ce type de mesure.

5.4. - Etalonnages

En tenant compte de la variation de la résistance avec la température, il vient :

$$q = \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{\sqrt{\lambda \mu c}}{R\alpha} \int_0^t \frac{dR}{dz} \frac{dz}{\sqrt{t-z}}$$

où $\frac{\sqrt{\lambda \mu c}}{R\alpha}$ est le coefficient caractéristique du fluxmètre, sa connaissance est obtenue soit par mesures séparées, soit par étalonnage.

La mesure de $R\alpha$ ne pose aucun problème, par contre, si les valeurs de μ et c sont bien connues par des tables, la valeur de la conductibilité thermique n'est pas la même suivant les auteurs. Ceci explique la préférence accordée aux méthodes d'étalonnage direct.

5.4.1. - Etalonnage électrique

C'est la méthode la plus utilisée par son principe ; elle consiste à soumettre le capteur au flux de chaleur créé par le passage d'un fort courant à travers l'élément thermométrique, ce circuit d'étalonnage est représenté figure 38.

Si le film est homogène et d'épaisseur constante, la densité de flux de chaleur créée est :

$$q = \frac{RI^2}{S}$$

S étant la surface du film.

Le courant étant constant si l'élévation de la résistance est négligeable ; le flux est constant, ce qui entraîne une variation de la température ΔT :

$$\Delta T = \frac{2q}{\sqrt{\pi \lambda \mu c}} \sqrt{t} = \frac{\Delta R}{R\alpha}$$

soit une variation parabolique de la résistance.

La connaissance de la surface active du film permet de déduire le coefficient du fluxmètre.

Les fluxmètres à élément thermométrique obtenue par peinture ainsi que ceux obtenus par pulvérisation donnent toujours pour $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$ une valeur inférieure à celle calculée à partir des tables, ce qui peut s'expliquer par des irrégularités d'épaisseur de la couche [18].

La valeur de la surface S est assez difficile à atteindre surtout pour des dépôts obtenus sans masque (peinture), c'est pourquoi une méthode d'étalonnage double est utilisée, ce qui permet d'éliminer la surface des calculs. Le procédé consiste à effectuer une comparaison entre les échauffements, à intensité de courant constante, dans l'air et dans un liquide de propriétés thermiques connues (ici de la glycérine).

Vers déclenchement
balayage

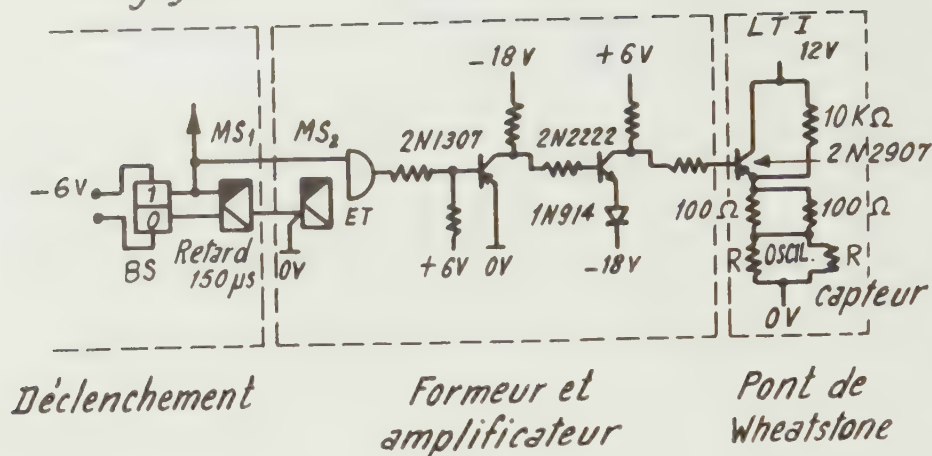


Fig. 38 - Circuit d'étalonnage électrique des fluxmètres

L'étalonnage électrique donne de meilleurs résultats pour les films obtenus par pulvérisation que pour ceux obtenus à partir d'un dépôt de peinture, la forme de la couche est plus régulière malgré de légères anomalies visibles lors des mesures de l'épaisseur.

5.4.2. - Etalonnage au rayonnement infrarouge

Dans ce cas, le flux de chaleur constant est produit par des tubes à émission infrarouge.

La densité de flux est déterminée grâce à un fluxmètre étalon à inertie thermique préalablement mis à la place du fluxmètre à étalonner.

Pour éviter que le rayonnement atteigne la silice, les capteurs sont recouverts de noir de fumée. Il y a augmentation du temps de réponse du fluxmètre, mais d'un autre côté le temps de l'expérience augmentant également, ce n'est pas une limitation de la méthode.

De même que pour l'étalonnage électrique, le déséquilibre d'un pont de WHEATSTONE est enregistré de façon à en déduire le coefficient du capteur

$$\frac{\sqrt{\lambda \mu c}}{R \alpha} = \frac{290 \sqrt{t}}{\sqrt{\pi} \cdot \Delta R}$$

compte tenu des incertitudes de mesure et des corrections à apporter (non linéarité du pont, durée de démasquage du capteur. On arrive à une dispersion aléatoire de $\pm 10 \%$ sur

$$\sqrt{\pi \lambda \mu c}.$$

Cette méthode semble donner de résultats meilleurs que l'étalonnage électrique ; elle ne fait pas intervenir de forte densité de courant dans le film, néanmoins les temps d'expérimentation ne sont pas du même ordre lors de l'étalonnage (0,25 s utile) et lors d'un essai au tube à choc (quelques centaines de μs) et ceci peut introduire des phénomènes différents.

La plupart des fluxmètres utilisés dans les tubes à choc ont une surface concave, alors que ceux étudiés ici sont plans. Cette géométrie différente ne modifie en rien les propriétés électriques du film, par contre, elle joue un rôle du point de vue fluxmètre ; son influence est étudiée en détail dans la référence [18].

5.5. - Influence des fortes densités de courant

Lors de l'étalonnage du fluxmètre, le film est parcouru par un courant électrique pouvant atteindre 50 mA, valeur correspondante à une densité de courant d'environ

4.000 A/mm². Il est nécessaire de vérifier que cette forte densité ne modifie pas les valeurs R_0 et de α_0 .

5.5.1. - Mesure de la résistance

L'étude de l'effet d'une forte densité de courant sur la résistance s'effectue grâce au dispositif permettant l'étalonnage électrique. En position de travail, un circuit électrique fournit un créneau de courant de 500 μ s. La variation de la résistance, qui constitue la branche variable d'un pont de WHEATSTONE, est enregistrée à l'aide d'un oscillographe. L'équilibrage du pont se fait en position repos pour laquelle le film est traversé par un courant de 500 μ A. Si cet équilibrage est parfaitement réalisé (inférieur à 0,01 Ω) il n'y a pas décalage, par rapport à l'origine, supérieure à la précision du réglage, lors du tracé de la droite $R = f(\sqrt{t})$.

Au début de l'essai, une impulsion est enregistrée par suite d'un déséquilibre dû à la partie imaginaire des impédances du pont ; ceci n'entraîne pas d'inconvénient pour la mesure car le début de l'enregistrement est négligé.

Le coefficient du fluxmètre est tel que :

$$\frac{\sqrt{\pi \lambda \mu c}}{R \alpha} = 2 \frac{R I^2}{S} \frac{\sqrt{t}}{\Delta R}$$

où S désigne la surface du film, $\frac{\Delta R}{\sqrt{t}}$ la pente de la droite expérimentale obtenue en portant en ordonnées les variations de résistance et en abscisses les racines carrées des temps correspondants.

Théoriquement, ce coefficient doit être constant pour un fluxmètre donné ; $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$ n'est fonction que du support et $R \alpha$ ne dépend que du film.

Les données les plus récentes [19] donnent :

$$\left[\sqrt{\pi \lambda \mu c} = 0,273 \text{ J/cm}^2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{1/2} \right]$$

le calcul de la même valeur à partir des résultats obtenus avec les couches minces pulvérisées permet de vérifier l'influence des fortes densités de courant sur les propriétés du dépôt.

Quelques valeurs expérimentales, calculées à 10 % près, se trouvent réunies dans le tableau suivant :

$R \Omega$	$I \text{ mA}$	$\sqrt{\pi \lambda \mu c} \text{ J/cm}^2 \text{ } ^\circ\text{C s}^{1/2}$	$J \text{ A/mm}^2$
21,5	87,3	0,268	2030
	101	0,270	2330
77,3	28	0,216	1880
	52	0,205	3480
	72,5	0,240	4900
	75	0,268	5020
84,5	60,5	0,245	4100
	71	0,252	4800
97,4	55,5	0,203	5300
	67	0,224	6350
118,1	22,4	0,333	2100
	42,5	0,233	4000
	58,5	0,221	5450
	60,5	0,213	5650

D'après ces résultats, il apparaît que $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$ ne dépend pas de l'intensité qui traverse le capteur.

Des essais ont été également effectués par la méthode de l'étalonnage électrique double, les résultats obtenus sont comparables à ceux trouvés pour des films de peinture [18].

Ces différentes mesures permettent de conclure que la forte densité de courant qui traverse le fluxmètre n'influe pas sur les propriétés électriques de l'élément thermométrique ; en effet, il n'existe pas de corrélation entre $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$ et la densité de courant.

Par la méthode électrique simple, la valeur moyenne obtenue est $\sqrt{\pi \lambda \mu c} \simeq 0,242 \text{ J/cm}^2 \cdot ^\circ\text{C.s}^{1/2}$ alors que par la méthode électrique double on trouve une moyenne sur 12 essais de $0,285 \text{ J/cm}^2 \cdot ^\circ\text{C.s}^{1/2}$ avec une incertitude sur chaque mesure d'environ 20 % et un écart à la moyenne d'au maximum 25 %, ce qui est en accord avec les dernières valeurs connues [19].

Les résultats obtenus par la méthode de l'étalonnage électrique double sont plus proches de la valeur la plus probable pour $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$. Ceux obtenus par la méthode simple se trouvent être inférieurs à $0,273 \text{ J/cm}^2 \cdot ^\circ\text{C.s}^{1/2}$, ce fait s'explique par l'action de la moindre irrégularité de forme du dépôt [18] sur le coefficient $\sqrt{\pi \lambda \mu c}$.

5.5.2. - Mesure de $R\alpha$

La mesure du produit $R\alpha$ à forte densité de courant a été effectuée en collant un thermocouple sur le film afin de mesurer la température d'équilibre correspondante à l'intensité traversant la couche. La résistance est mesurée par le rapport de la tension aux bornes du fluxmètre à l'intensité qui le traverse.

Un capteur de 100Ω a été parcouru par un courant de 120 mA correspondant à une élévation de température du film de près de 400°C ; ceci sans voir de variation de la pente $R\alpha$ de la courbe $R = f(T)$ obtenue en faisant varier l'intensité traversant le film.

De plus, un passage préalable au bain thermostatique du capteur avec son thermocouple permet de déterminer le produit $R\alpha$; cette valeur diffère de quelques pour-cent de celle mesurée sans thermocouple.

Cette constance de la pente, ajoutée au fait que la valeur de la résistance ne varie pas instantanément lorsqu'un fort courant traverse la couche mince, permet de conclure que le coefficient de température du film est constant avec les forts courants.



6 - CONCLUSION.-

Le but essentiel de l'étude est la caractérisation électrique des fluxmètres thermiques utilisés dans les écoulements brefs.

Pour cela, nous avons étudié un certain nombre de dépôts d'épaisseur différente depuis les films ultra-minces jusqu'aux couches épaisses (10 Å à 3000 Å).

Les dépôts ayant la meilleure adhérence sont ceux pour lesquels le pompage est arrêté à 300°C. C'est pourquoi, malgré un taux d'impuretés supérieur à celui obtenu par les autres méthodes, c'est cette technique qui a été choisie ; en fait, pour l'épaisseur de film utilisée, soit 200 Å, cette augmentation du taux d'impuretés n'entraîne pas une grande variation de la résistivité et du coefficient de température, tout au moins à la température ambiante.

La chaîne de mesure, associée aux fluxmètres, exige une résistance de capteur de l'ordre de 100 Ω ; le temps de réponse nécessite un film dont l'épaisseur soit aussi faible que possible et cependant compatible avec une bonne stabilité. Un argument supplémentaire pour éviter les couches trop minces est que cette même technique est utilisée pour d'autres applications, notamment pour des fluxmètres mesurant des échanges dans des liquides cryogéniques ; or, il a été constaté que, lorsque la couche était formée de globules plutôt que de cristaux, la variation du coefficient $R\alpha$ à basse température présentait des anomalies.

Etant donné la valeur de résistance recherchée et l'épaisseur jugée optimale, il ne nous a pas été nécessaire de modifier la géométrie initiale de la couche.

Nous avons trouvé que, quelles que soient les conditions de dépôt, le produit $R\alpha$ n'est fonction que de la géométrie du film ; dans ces conditions, l'emploi d'un masque entraîne que $R\alpha$ ne dépend plus que de l'épaisseur.

Les tableaux 39 et 40 résument les mesures effectuées et le résultat des différents calculs concernant chaque dépôt. L'organigramme de la figure 41 indique comment sont conduits les calculs.

Les caractéristiques moyennes de l'élément thermométrique du fluxmètre sont les suivantes : $d \simeq 200 \text{ Å}$, $R\alpha \simeq 0,2 \text{ } \Omega/^{\circ}\text{C}$, temps de dépôt dans les conditions étudiées $t \simeq 24 \text{ s.}$, $\rho = 21 \text{ } \mu \Omega.\text{cm}$, $\alpha \simeq 18.10^{-4}/^{\circ}\text{C}$, $p \simeq 0,2$ et sa structure ressemble à celle de la figure 35 (micro-cristaux non orientés).

Il est difficile d'obtenir des dépôts parfaitement reproductibles, ceci est dû en grande part au caractère aléatoire du coefficient p .

Les films obtenus par pulvérisation ayant une épaisseur plus homogène que ceux obtenus par peinture, le problème de l'étalonnage des capteurs semble plus facile à résoudre avec les premiers.

Il serait certainement intéressant de poursuivre les essais aux très basses températures (néon solide) de façon à vérifier l'effet de structure sur la variation de $R\alpha$.

En résumé, cette étude a permis d'améliorer à la fois la fabrication (adhérence et reproductibilité) et la connaissance des propriétés électriques des couches minces pour fluxmètres thermiques.

n°	t_s	$R_{\rho} \alpha$ $\Omega/^{\circ}C$	a mm	b mm	d $\text{\AA}$	R Ω	α $10^{-4}/^{\circ}C$	ρ $\mu\Omega cm$	d mesure $\text{\AA}$	T_{AP} $^{\circ}C$	$\Delta R_{\rho}/$ $R_{\rho} \%$	p
12	30	0,134	5,04	0,70	210	81,7	16,5	23,7		300	14,9	0,2
45	30	0,115	4,88	0,65	285	63,5	18,2	21,4	320	140	15,7	0,1
48	180	0,024	4,96	0,66	1215	10,7	22,3	17,3	1200	300	11,4	
49	10	0,33	4,72	0,60	93	285	11,7	33,6		300	18,5	0,7
50	20	0,185	4,95	0,63	165	111	16,7	23,3		300	19,5	0,4
51	40	0,092	4,97	0,65	320	55	16,8	23,1		300	18,5	
53	30	0,130	4,99	0,61	245	75	17,3	22,3		300	16,2	0,1
54	30	0,131	5,03	0,63	235	73,6	17,8	21,8		300	17,6	0
55	25	0,134	4,91	0,60	235	79,3	17	23		300	14,2	0,2
56	10	0,332	4,97	0,61	95	278	12	32,5	100	300	14,5	0,7
57	10	0,35	4,93	0,58	95	285	12,3	31,6		300	11,7	0,8
58	5	1,3	4,95	0,59	31	1170	12	41		300	- 28	
59	60	0,074	4,96	0,65	400	36,1	20,6	18,8	440	300	14,9	
61	20	0,223	5,02	0,62	140	127,3	17,5	22,2		100	19,3	0,5
62	30	0,112	4,93	0,67	255	86	13	29,8		100	20,5	
63	40	0,094	5,05	0,58	340	50	18,7	20,7		100		
64	10	0,327	4,96	0,63	95	306,9	10,7	36,3		100	9,8	0,8
65	60	0,066	5,06	0,65	460	39,9	16,6	23,4		100	27,1	
66	180	0,022	5,04	0,80	1110	9,53	23,5	16,5		100	8,5	
67	180	0,022	5,01	0,66	1340	10,08	24,6	15,8		50	12,9	
68	60	0,061	4,95	0,62	510	32,1	22,8	17		50	22,5	
69	40	0,103	5,06	0,66	290	53,6	19,1	20,2	300	50	17	
70	50	0,073	5,04	0,67	400	35,9	20,2	19,2		100	16,7	
71	50	0,070	4,97	0,64	430	35,2	19,7	19,6		50	20,3	
72	120	0,038	4,96	0,63	805	17,6	23,6	16,4		50	17,8	
74	120	0,032	4,95	0,65	925	15,7	20,7	18,7		300	21,3	
75	90	0,037	5,00	0,70	750	17,7	21,1	18,4		100	23	
12'	30	0,086	3,22	0,70	210	49,5	17,3	22,4		300		
50'	20	0,115	2,83	0,59	160	68,3	16,8	23,1		300		
51'	40	0,057	3,00	0,64	320	32,2	17,8	21,8		300		
61'	20	0,154	3,50	0,66	135	86,2	17,9	21,7		100		
62'	30	0,084	3,45	0,65	245	63,8	13,2	29,4		100		
63'	40	0,075	3,15	0,69	310	31,9	18,1	21,4		100		

Fig. 39 - Résultats généraux - dépôts avec sous-couche

n°	t s	R_{α} $\Omega/^{\circ}C$	a mm	b mm	d Å	R Ω	α $10^{-4}/^{\circ}C$	ρ $\mu\Omega\text{cm}$	d mesurée Å	T_{AP} $^{\circ}C$	$\Delta R_{\alpha}/R_{\alpha}\%$	p
13	5	0,6	5,10	0,59	60	770	7,8	51	55	100	22,5	0,7
14	60	0,07	5,18	0,68	420	37,3	18,6	20,7	400	300	16	
15	120	0,032	5,00	0,70	940	14	22,8	17		300		
16	1	- 400	5,11	0,66		250 k	- 15			100		
17	45	0,086	5,06	0,64	360	43,6	20	19,7		300	16,3	
18	20	0,165	5,13	0,62	175	103	18	21,6	200	50	17,8	0,5
19	30	0,127	5,10	0,64	245	70,7	18	21,6		50		
20	15	0,215	5,00	0,63	145	140	15,2	25,2		50	20,5	0,4
21	7	0,450	5,19	0,58	77	490	8	42,1		50	28	0,7
22	40	0,097	5,17	0,70	295	48,8	19,8	19,5		100	15,5	0
23	30	0,128	5,15	0,60	260	64	20	19,4		50	15,5	0
24	420	0,013	5,17	0,55	2800	5,5	23,5	16,4	3000	50	3,1	
25	90	0,046	5,14	0,62	700	20,7	22	17,4	700	100	20	
26	10	0,32	5,13	0,60	100	250	13	30,2		50	20	0,6
27	25	0,161	5,06	0,60	200	82,3	19,5	19,8		50	17,4	0,4
28	8	0,255	5,08	0,60	130	219	11,5	33,3	120	50	20,4	0,5
29	6	0,450	5,08	0,58	75	449	10	38,6		50	24,9	0,6
30	35	0,110	5,14	0,63	290	56,1	19,5	19,8		100	17,3	
31	12	0,304	5,13	0,60	95	211	14,5	27		50	20,1	0,6
32	30	0,121	5,06	0,65	250	60,4	20	19,4		300	14,9	0,1
33	2	2,03	5,00	0,60	22	8785	2,3	218		100	- 33	
34	30	0,111	5,00	0,64	270	55,1	20,15	19,3	310	50	16,2	
35	27	0,145	4,85	0,64	205	77,1	18,7	20,6		50	15,9	0,2
36	32	0,124	5,11	0,63	255	58,8	21	18,4		50	15,3	0,1
37	25	0,155	5,06	0,64	200	83,8	18,5	20,9		50	19,4	0,2
38	180	0,021	4,99	0,65	1420	8,7	24,5	16	1550	50	8,6	
39	23	0,184	4,99	0,63	170	114,4	16,1	24		50	19,6	0,4
40	14	0,234	5,00	0,63	135	147,1	15,8	24,6		50	36,8	0,2
41	13	0,236	4,89	0,61	130	150	15,8	24,6		50	21,6	0,5
42	25	0,13	4,76	0,69	205	73,7	17,6	22		300	19,2	0,2
43	20	0,170	4,78	0,63	175	96,5	17,6	22		50	20	0,3
44	20	0,173	4,68	0,70	150	93,6	18,4	21		300	21,4	0,4
46	180	0,02	5,05	0,68	1440	8,7	22,4	17		300	12,2	
47	30	0,133	4,90	0,63	230	85,9	15,5	25,1			19,5	0
60	10	0,36	4,95	0,63	80	479	8,05	48,2		300	35,5	0,5

Fig. 40 - Résultats généraux - dépôts sans sous-couche

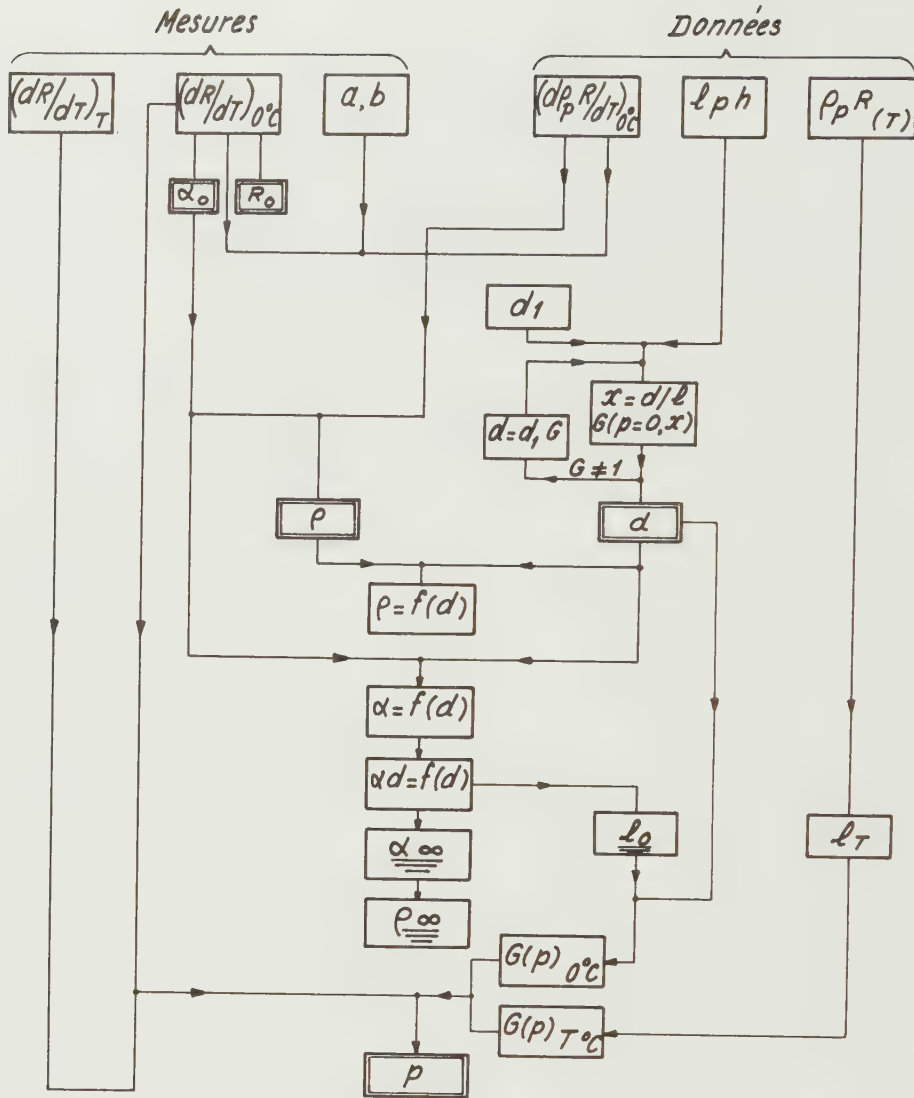


Fig. 41 - Organigramme des calculs $T = 70^\circ\text{K}$

Manuscrit remis le 12 juin 1970.



REFERENCES

- [1] - E. HOLLAND - Vacuum deposition of thin films. Chapman and Hall. Londres 1966.
- [2] - Symposium of the deposition of thin films by sputtering, Rochester, june 9, 1966.
- [3] - C. SELLA, J.J. TRILLAT - Les couches minces - Préparation - Structure - Applications. Mémorial de l'Artillerie Française, t. 41, 1967, (3), n° 161.
- [4] - G.K. WEHNER - Sputtering by ion bombardment Advances in Electronics and Electron Physics, VII, 1965.
- [5] - G.K. WEHNER - Sputtering Science and Technology, september 1968, p. 32.
- [6] - P. JOYES - Evaluation théorique de la pulvérisation cathodique isotrope. Le Journal de Physique, t. 29, août-septembre 1968, p. 774.
- [7] - J.M. ZIMAN - Principles of the theory of solids. Cambridge University Press, Cambridge 1964.
- [8] - K. FUCHS - The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals. Proc. Cambridge Phil. Soc., 34, (1938), 100.
- [9] - E.H. SONDHEIMER - The mean free path of electrons in metals. Advances in Physics, 1, (1952), 1.
- [10] - M.S.P. LUCAS - Electrical conductivity of thin metallic films with unlike surfaces. Journal of Applied Physics, 36, (5), may 1965.
- [11] - G.K. WHITE and S.G. WOODS - Electrical and thermal resistivity of the transition elements at low temperatures. Phil. Trans. Roy. Soc. London, A 251, (1959), 273.
- [12] - C.A. NEUGEBAUER and M.B. WEBB - Electrical conduction mechanism in ultrathin, evaporated metal films. Journ. of Applied Physics, 33, 1, (1962), 7.
- [13] - N.M. BASHARA - A survey of conduction mechanisms in very thin films. IEEE Transactions on Components parts. march 1964
- [14] - J.L. SCALES - Current-voltage relations for thin film tunneling structures. IEEE Transactions on Components parts. march 1964
- [15] - Y. NAMBA - Electrical conduction of thin metallic films with rough surface. Journal of Applied Physics, vol. 39, nb 13, (décember 1968), 6117.
- [16] - C. KITTEL - Introduction à la Physique de l'Etat Solide, Dunod, Paris 1958.
- [17] - R. VIDAL - A resistance thermometer for transient surface temperature measurements. Amer. Rocket Society, Meeting 24-26 september 1956, Buffalo.
- [18] - J. MAULARD - Les fluxmètres thermiques à température superficielle pour tubes à choc. La Recherche Aérospatiale n° 126.
- [19] - L. BOGDAN - Measurement of the thermal parameter $(\rho_c k)^{1/2}$ for clear fused quartz. AIAA Journal, (august 1966).

